LITZY LINA CHOQUECHAMBI CATORCENO

**“Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em
chapa da liga de magnésio AZ31B (Mg – 3%Al – 1%Zn – 0,3%Mn)”**

**São Paulo
2013**

LITZY LINA CHOQUECHAMBI CATORCENO

“Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em chapa da liga de magnésio AZ31B (Mg – 3%Al – 1%Zn – 0,3%Mn)”

**Tese apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Doutor em Ciências.**

Área de concentração:

Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador:

Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha

São Paulo

2013

LITZY LINA CHOQUECHAMBI CATORCENO

“Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em chapa da liga de magnésio AZ31B (Mg – 3%Al – 1%Zn – 0,3%Mn)”

**Tese apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Doutor em Ciências.**

**Área de concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha**

São Paulo
2013

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, de outubro de 2013.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Catorceno, Litzy Lina Choquechambi

Estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em chapa da liga de magnésio AZ31B (Mg-3%Al-1%Zn-0,3%Mn) / L.L. Choquechambi Catorceno. -- versão corr. -- São Paulo, 2013.

230 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Recristalização 2.Liga de magnésio 3.Caracterização microestrutural 4.Textura I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Agradecimentos

A Deus, por permitir o milagre da vida, a minha família pelo carinho e compreensão e a meu amado esposo Alberto Anduze pela ajuda e apoio incondicional.

Ao Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha pela oportunidade dada para desenvolver este trabalho, pela paciência e compreensão nos momentos de discussão dos resultados e excelente orientação durante toda a realização deste trabalho.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (PMT-EPUSP) pela oportunidade da realização deste estudo.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, pela bolsa de doutorado concedida.

Ao Prof. Dr. Marcio Ferreira Hupalo e ao pessoal do laboratório de materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) por permitir utilizar o laminador instalado no laboratório.

Ao Prof. Dr. Nelson Batista de Lima (IPEN/CNEN-SP) por disponibilizar o laboratório de difração de raios X e pelas valiosas sugestões no decorrer do trabalho.

Ao prof. Dr. Ronald Lesley Plaut pelos aportes e sugestões.

Ao Dr. Eng. Ricardo do Carmo Fernandes. (Companhia Brasileira do Alumínio, CBA) pelos auxílios prestados.

Ao técnico Miguel Borodiak (Companhia Brasileira do Alumínio, CBA) pela ajuda nas medidas de condutividade elétrica do material estudado.

As sugestões e críticas dos componentes da banca de qualificação que engrandeceram este trabalho.

A seção de pós-graduação (SPG) da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP), e aos funcionários da secretaria do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (PMT).

Ao técnico René Ramos de Oliveira (IPEN/CNEN-SP) pela colaboração nas análises de difração de raios X.

Aos técnicos Olandir Vercino Correa e Mariano Castagnet (IPEN/CCTM-SP) pela colaboração nos tratamentos térmicos.

Aos técnicos Danilo, Lívio, Rafael, Rubens e Vinícius pela grande ajuda nos laboratórios do Departamento.

Aos meus inesquecíveis amigos e colegas de pós-graduação (PMT-EPUSP) Angelo, Denilson, Denise, Daniel, Fabrício, Leandro e Tiago, que direta ou indiretamente contribuíram com o enriquecimento deste trabalho.

RESUMO

As ligas de magnésio atraíram a atenção novamente nos últimos anos por causa de suas propriedades de baixa densidade, resistência à tração e rigidez específica. Por outro lado, a maior limitação para o uso de ligas trabalhadas é a baixa conformabilidade em temperatura ambiente devido à estrutura hexagonal compacta (HCP) das ligas. O presente trabalho de pesquisa teve como objetivo estudar o encruamento, recristalização e crescimento de grãos durante a laminação de liga magnésio AZ31B em alta e baixa temperatura, analisando a evolução da microestrutura, da textura e a variação das propriedades sensíveis à microestrutura. A liga AZ31B é sensível à taxa de deformação em alta temperatura, entretanto, a anisotropia é negativamente afetada na laminação a frio, portanto, apresenta uma melhor laminação na faixa de temperaturas de 200 a 300 °C, devido ao refinamento de grãos, causado pela recuperação e recristalização dinâmica.

O estudo foi realizado em amostras de uma chapa de liga de magnésio AZ31B recristalizada (2 mm de espessura). Amostras foram deformadas por laminação em temperaturas diferentes (25, 100, 200, 250 e 300 °C) e com diferentes taxas de deformação. A caracterização microestrutural foi realizada com auxílio de várias técnicas complementares de análise microestrutural, tais como microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, análise de raios-X por dispersão de energia, difração de raios X e microdureza Vickers.

A deformabilidade e a ocorrência de recristalização dinâmica e crescimento de grãos mostraram forte dependência com as condições de laminação. Na laminação a frio, o refinamento de grão foi mais efetivo com baixas taxas de deformação ($1,6 \text{ s}^{-1}$) do que na laminação a quente. Entretanto, a intensa textura basal foi enfraquecida em temperaturas próximas a 300 °C e com taxas de deformação próximas a $3,5 \text{ s}^{-1}$.

A ductilidade das ligas pode ser melhorada em altas temperaturas de deformação, pelo refinamento dos grãos que produz a diminuição da fração volumétrica das regiões macladas e pelo aumento do número de sistemas de deslizamento, além do enfraquecimento da intensa textura basal, característica das ligas de magnésio.

ABSTRACT

Magnesium alloys have attracted the attention again in recent years because of their low density, their specific tensile strength and rigidity. However, the greatest limitation for the usage of wrought magnesium alloys is their poor formability at room temperature due to the hexagonal closed packed (HCP) crystal structure.

The present research focused on study the work-hardening, recrystallization and grain growth during rolling of AZ31B magnesium alloy at low and high rolling temperature. It was made through the analysis of microstructure and texture evolution and variations of microstructure-sensitive properties. The AZ31 magnesium alloy is sensitive to strain rate at high temperature, meanwhile, the anisotropy is adversely impacted in cold rolling sheets. Thus, AZ31B magnesium alloy exhibits better workability in 200-300°C temperature range due to the grain refinement caused by dynamic recovery and dynamic recrystallization.

This research was carried out on samples of recrystallized sheet (2 mm in thickness). Samples were deformed by rolling at different temperatures (25, 100, 200, 250 and 300 °C), using different strain rates. Microstructural characterization was done by using several complementary techniques of microstructural analysis, such as optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray analysis by energy dispersive, X-ray diffraction and Vickers microhardness tests. A competition between dynamic recrystallization and grain growth depends on rolling conditions. Low strain rate ($1,6 \text{ s}^{-1}$) at cold rolling improved more effective in refining grains than warm rolling. Meanwhile, the intense basal texture was weakened at 300 °C with a high strain rate of $3,5 \text{ s}^{-1}$.

The ductility of magnesium alloys can be greatly improved at high temperature, with a fine grain structure that causes the reduced volume fraction of twins, and an increase the number of slip systems, weakening the intense basal texture, rather characteristic for magnesium alloys.

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Propriedades físico-químicas e mecânicas do magnésio puro.	5
Tabela 2.2	Resistência específica à tração de alguns metais.	6
Tabela 2.3	Exemplos de ligas produzidas por fundição e conformação.	7
Tabela 2.4	Nomenclatura dos elementos e tratamentos termomecânicos.	8
Tabela 2.5	Propriedades mecânicas de algumas ligas de magnésio.	9
Tabela 2.6	Características cristalográficas dos sistemas de deslizamento em metais com estrutura hcp.	11
Tabela 2.7	Características cristalográficas da formação de maclas para o magnésio puro e suas ligas.	13
Tabela 2.8	Propriedades típicas das ligas de magnésio comerciais na temperatura ambiente.	26
Tabela 2.9	Dados das constantes de autodifusão para monocristais de magnésio.	42
Tabela 2.10	Dados das constantes de interdifusão do zinco e alumínio no magnésio.	42
Tabela 3.1	Denominação das amostras e condições de laminação do segundo grupo.	70
Tabela 4.1	Resultado da análise de fluorescência de raios X da liga AZ31 B.	79
Tabela 4.2	Composição química da liga de magnésio AZ31B em % massa (<i>Metals Handbook</i>).	79
Tabela 4.3	Constante de interdifusão (D) e energia de ativação (Q) dos precipitados de $Mg_{17}Al_{12}$ e $Mg_{17}Al_{12}$.	93
Tabela 4.4	Valores de dureza Vickers, porcentagem de endurecimento por deformação e diâmetro médio dos grãos da liga AZ31B após laminação em diferentes temperaturas.	100
Tabela 4.5	Variação da condutividade elétrica da liga AZ31B após realizar reduções de 30% em diferentes temperaturas de laminação.	107
Tabela 4.6	Dados das reduções obtidas nas laminações do segundo grupo, temperaturas de laminação, tensão aplicada e observações sobre a formação de trincas.	109
Tabela 4.7	Valores da condutividade elétrica das amostras da liga de magnésio AZ31B após serem submetida às laminações no segundo grupo.	121
Tabela 4.8	Condições das amostras selecionadas para análise de difração.	123

Tabela 4.9	Valores dos parâmetros de rede das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.	129
Tabela 4.10	Parâmetros de rede calculados pelo programa GSAS das amostras A1, A2, A14, a7 e A8 recozidas em 200 °C e por um período de 4 horas, que foram previamente laminadas em diferentes condições.	147
Tabela 4.11	Ângulos formados entre os planos basais (0002), piramidais ($10\bar{1}1$) e prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$).	152
Tabela 4.12	Intensidades das figuras de pólos das amostras laminadas no primeiro grupo, amostras laminadas em diferentes temperaturas com redução de espessura de 30%.	159
Tabela 4.13	Intensidades das figuras de pólos das amostras laminadas no segundo grupo (amostras laminadas a 20 rpm e no sentido perpendicular à direção de laminação do material recebido).	174

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Sistemas de planos de deslizamentos em materiais hcp.	11
Figura 2.2	Curvas tensão versus deformação obtidas em ensaios de tração da liga AZ31B em várias temperaturas. Foram utilizados corpos de prova cilíndricos, usinados transversalmente à direção de extrusão, e velocidade de deformação $5,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.	14
Figura 2.3	Variações das tensões críticas de cisalhamento (CRSS) necessárias para ativar os deslizamentos de planos basais, piramidais, prismáticos e para a formação de maclas.	16
Figura 2.4	(a) Taxas de deformação utilizadas para o cálculo da anisotropia (r) em função da temperatura de deformação (b) variação dos valores da anisotropia (r) comparados com trabalhos similares.	19
Figura 2.5	Variação da anisotropia normal (r) em função da temperatura para uma peça deformada por laminação com $\varepsilon = 0,11$	20
Figura 2.6	Esquema do modelo de amortecimento de discordâncias proposto por Granato-Lücke	23
Figura 2.7	Representação esquemática da recristalização em ligas de magnésio, Durante a deformação, as maclas reorientam os planos basais perpendiculares à tensão, em consequência acontece (a) uma limitada rotação dos retículos cristalinos e (b) a recuperação dinâmica das discordâncias próximas e sobre os contornos dos grãos (c) formando com isso, novos subgrãos ou grãos.	32
Figura 2.8	Representação esquemática da migração de contorno de grão induzida por deformação. O contorno se move no sentido de afastamento do seu centro de curvatura. (a) antes da migração e (b) depois do início da migração.	34
Figura 2.9	Representação esquemática do mecanismo de deslizamento de contornos de grão (<i>grain boundary sliding</i> –GBS) durante a deformação (MATSUKI et al., 1977). (a) O deslizamento dos grãos ao longo de AB movimenta os contornos dos grãos BC e BD dos grãos 1 e 2 para uma nova posição (b) para acomodar as tensões, a rotação dos grãos ocorre, realizando uma comutação de vizinhos (c) em consequência, grãos com nova orientação são desenvolvidos.	36
Figura 2.10	Representação esquemática da movimentação combinada das discordâncias. Durante o deslizamento, o empilhamento de discordâncias ocorre no lado oposto do contorno do grão bloqueador. As discordâncias na frente do empilhamento podem escalar o contorno do grão para que a deformação continue seu desenvolvimento.	37
Figura 2.11	Representação esquemática do mecanismo do GBS que envolve o movimento das discordâncias nas regiões próximas aos contornos de grão.	38

Figura 2.12	Representação esquemática do GBS induzido por difusão (a) Grupo de grãos que experimenta uma tensão aplicada, (b) mudança de forma do grão por difusão incluindo a formação de pontas, (c) reorganização dos contornos para manter a forma equiaxial (d) difusão no interior do grão que formar parte dos quatro grãos.	39
Figura 2.13	Diagrama de fases do sistema Mg-Al na região rica em magnésio.	44
Figura 2.14	Diagrama de fases do sistema Mg-Zn.	45
Figura 2.15	(a) Diagrama de fases binário do sistema Mg-Mn (b) modelo termodinâmico predito para a região rica em magnésio do diagrama de fases do sistema Mg-Al-Zn-Mn.	46
Figura 2.16	Projeção em equilíbrio da formação de precipitados Al e Mn do sistema ternário Mg-Al-Mn com adição de 1% de zinco, a zeta indica o sentido da diminuição da temperatura.	47
Figura 2.17	Secção isotérmica da região rica em magnésio do sistema Mg-Al-Zn a 300 °C, onde por pontos vermelhos e pretos representam as diferentes ligas da series AZ das ligas de Mg.	47
Figura 2.18	Difração de raios X. Um feixe monocromático de raios X, com comprimento de onda λ , incidindo com um ângulo θ em um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d .	49
Figura 2.19	Esquema do difratômetro (goniômetro) de raios X.	50
Figura 2.20	Projeção esférica, que é usada para posicionar os diversos planos de um cristal hexagonal.	53
Figura 2.21	Projeção estereográfica da orientação basal (0001) da estrutura hexagonal com e relação de c/a igual a 1,633.	53
Figura 2.22	Goniômetro de textura com a geometria de reflexão.	55
Figura 2.23	Texturas de laminação de metais com estrutura hcp e diferentes valores de c/a (a) Liga de magnésio com c/a bem próximo do ideal apresenta textura basal (b) Zinc com c/a > ideal apresenta uma inclinação de 15° a 25° da textura basal sob a direção de laminação (RD), (c) Titânio com c/a < ideal mostra 20 – 40° da textura basal a través TD.	56
Figura 2.24	Figuras de pólos dos planos (0002), (10 $\bar{1}$ 0), (10 $\bar{1}$ 1) e (10 $\bar{1}$ 2) de chapas de liga de magnésio AZ31B produzidas por (a) extrusão a quente, e por laminação a frio com reduções de (b) 9% e (c) 16%.	59
Figura 2.25	a) Microestrutura, b) histograma na região onde apresentam grãos finos e grosseiros c) mapeamento dos contornos de baixo e alto ângulo, d) figuras de pólos inversa obtidas por EBSD da amostra deformada a 200° C com uma taxa de deformação de 10 ⁻⁴ s ⁻¹	61

Figura 3.1	Esquema mostrando a seqüência de etapas realizadas no presente trabalho.	63
Figura 3.2	Esquema do corte das amostras para cada grupo de laminação e a direção de laminação.	64
Figura 3.3	Esquema representativo das direções de uma amostra deformado por laminação.	73
Figura 3.4	Posicionamento e movimentos da amostra na câmara de textura do aparelho de difração de raios X, para obtenção da figura de pólos.	73
Figura 3.5	Caminho do feixe de raios X, rotação da amostra no goniômetro de textura e definição dos ângulos de instrumentos.	74
Figura 3.6	(a) Sistema de coordenadas α e β e (b) a projeção estereográfica correspondente.	75
Figura 3.7	Planos cristalográficos escolhidos para a análise de textura	76
Figura 4.1	Micrografia da liga AZ31B (sem polimento) com aumento de 200X, obtido por MEV.	77
Figura 4.2	Micrografia ótica da liga AZ31B no estado como recebido.	78
Figura 4.3	Micrografias obtidas com o MEV da liga AZ31B no estado como recebido.	78
Figura 4.4	Análise de dispersão de energia (EDS) dos precipitados da liga AZ31B.	79
Figura 4.5	Difratograma de raios X da liga AZ31B no estado como recebido. Radiação utilizada Cu K α ($\lambda = 0,15405$ nm)	81
Figura 4.6	Comparação entre os difratogramas do magnésio puro (ICSD 01-089-4894) e do material recebido da liga AZ31B junto com os planos cristalinos (h k l) posicionados nos respectivos picos de difração.	82
Figura 4.7	Precipitados das ligas de magnésio AZ31B encontrados nas pesquisas de Laser (2006) e Wan (2009).	84
Figura 4.8	Difratogramas de duas ligas de magnésio AZ31B produzidas por fundição (<i>As-cast alloys</i>), destacando as fases de Mg e Mg ₁₇ Al ₁₂ encontrados nos trabalhos de a) Jain, 2007 e b) Chunxiang, 2008.	84
Figura 4.9	Difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado Al ₁₂ Mg ₁₇ (ICSD 1-1128)	85

Figura 4.10	Difratogramas de raios X de duas ligas de magnésio AZ31B laminadas a quente, apresentando os picos das fases Al_8Mn_5 e $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.	85
Figura 4.11	Difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado Al_8Mn_5 (ICSD 49-1279).	86
Figura 4.12	Difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado $\text{Mg}_{0,97}\text{Zn}_{0,03}$ (ICSD 65-4596).	87
Figura 4.13	Difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado $\text{Mg}_{3,16}\text{Zn}_{1,84}$ (ICSD-65-6848).	88
Figura 4.14	Esquema dos tratamentos térmicos de recozimento do material recebido.	90
Figura 4.15	Diagrama de fases binário do sistema magnésio alumínio.	90
Figura 4.16	Diagrama de fases do sistema Mg-Al com 0,3056% de manganês.	91
Figura 4.17	Micrografias óticas das amostras do material recebido recozidas por 4h em: a) 100 °C, b) 200 °C, c) 300 °C e d) 400 °C.	92
Figura 4.18	Variação da dureza do material recebido após ser submetido a recozimentos isócronos de 4h em temperaturas crescentes.	93
Figura 4.19	Micrografias obtidas com MEV das amostras do material recebido após serem recozidas por 4h em a) 100 °C, b) 200 °C, c) 300 °C e d) 400 °C..	94
Figura 4.20	Fotos das amostras laminadas em diferentes temperaturas.	96
Figura 4.21	Trincas formadas nas laterais da amostra laminada a 100 °C.	96
Figura 4.22	Micrografia obtida no MEV em uma superfície fraturada da liga de magnésio AZ31B.	97
Figura 4.23	Micrografias óticas (lado esquerdo) e obtidas com o MEV (lado direito) das amostras da liga AZ31B laminadas em diferentes temperaturas. a) 28 °C; b) 100 °C; c) 200 °C; d) 250 °C.	98
Figura 4.24	Micrografias obtidas com o MEV da amostra laminada a 28 °C.	100
Figura 4.25	Variações a) da dureza e b) do diâmetro médio dos grãos do material laminado em diferentes temperaturas com reduções de espessura constante de 30%.	102
Figura 4.26	Micrografias obtidas pelo MEV das amostras laminadas em a) 200 °C e b) 250 °C.	103
Figura 4.27	Análise de dispersão de energia (EDS) dos precipitados da amostra laminada em 100 °C.	104
Figura 4.28	Análise de dispersão de energia (EDS) dos precipitados da amostra laminada em 250 °C.	104

Figura 4.29	A variação da anisotropia normal com a temperatura de laminação das amostras com reduções de espessura de 30%..	106
Figura 4.30	Efeitos da temperatura de laminação e do tamanho de grão na anisotropia (r) de amostras deformadas.	107
Figura 4.31	Curvas de tensão em função do grau de deformação, determinadas para as laminações do segundo grupo.	110
Figura 4.32	Micrografias ópticas das amostras do segundo grupo laminadas em 25 °C, com reduções de espessura de: a) 5%, b) 8%, c)13% e d) 20%.	111
Figura 4.33	Micrografias ópticas das amostras laminadas no segundo grupo em 100 °C com reduções de espessura de: a) 8%, b) 10% e c)15%.	113
Figura 4.34	Micrografias ópticas das amostras laminadas no segundo grupo em 200 °C, com reduções de espessura de: a) 11% e b) 15%.	114
Figura 4.35	Micrografias ópticas das amostras grupo laminadas no segundo grupo em 250 °C, com reduções de espessura de: a) 13%, b) 17% e c) 22%.	114
Figura 4.36	Micrografias ópticas das amostras laminadas no segundo grupo em 300 °C com reduções de espessura de a) 21%, b) 31% e c) 39%.	114
Figura 4.37	Micrografias obtidas pelo MEV das amostras laminadas a frio e quente no segundo grupo e com reduções de espessura de: a) 8% em 25 °C e b) 40% em 300 °C.	115
Figura 4.38	Variação da dureza Vickers (obtida com uma carga de 300g.) em função da porcentagem de redução das amostras do segundo grupo laminadas em 25, 100, 200, 250 e 300 °C.	116
Figura 4.39	Variação do diâmetro médio dos grãos em função da porcentagem de redução de espessura das amostras laminadas no segundo grupo.	120
Figura 4.40	A variação da anisotropia normal em função da porcentagem de redução de espessura das amostras laminadas no segundo grupo.	120
Figura 4.41	Variação da anisotropia normal (r) em função da temperatura de uma peça deformada por laminação com 0,11 de grau de deformação.	121
Figura 4.42	Variação da condutividade elétrica em função da porcentagem de redução das amostras da liga AZ31B laminadas no segundo grupo.	123
Figura 4.43	Comparação dos difratogramas de raios X do material recebido com amostras deformadas no segundo grupo de laminações.	124
Figura 4.44	Comparação dos difratogramas de raios X de duas amostras com igual grau de deformação, mas com temperaturas de laminação diferentes (25 °C e 250 °C).	125
Figura 4.45	Difratogramas de raios X do material recebido e de duas amostras deformadas a temperatura ambiente (A1 e A2).	126

Figura 4.46	Comparação dos difratogramas de raios X do material recebido, da amostra laminada em 300 °C (A5) e do magnésio puro (89-4894).	126
Figura 4.47	Variação do parâmetro de rede (a) das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.	128
Figura 4.48	Variação do parâmetro de rede (c) das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.	129
Figura 4.49	Variação da relação (c/a) das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.	129
Figura 4.50	Micrografias óticas da amostra A2 após ser submetida a recozimentos isócronos de 1h em: a) 150 °C, b) 200 °C, c) 250 °C e d) 300 °C..	131
Figura 4.51	Micrografias obtidas com MEV da amostra A7 após ser submetida a recozimentos isócronos realizados em: a) 150 °C, b) 200 °C, c) 250 °C e d) 300 °C	132
Figura 4.52	Variação da dureza em função da temperatura de recozimento das amostras expostas a recozimentos de 1h em 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C. As amostras foram previamente laminadas em 25 °C ou 300 °C..	134
Figura 4.53	Variação da dureza do material recebido após ser submetido a tratamentos de recozimento isócrono em temperaturas de 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C.	135
Figura 4.54	Variação da dureza em função da temperatura de recozimento das amostras expostas a recozimentos de 1h em 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C, laminadas previamente em 100 °C, 200 °C e 250 °C	136
Figura 4.55	Micrografias ópticas das amostras recozidas em 200 °C por 2h e 4h, as amostras foram previamente laminadas a frio e quente com reduções de 10% (a e c) e 20% (b e d).	137
Figura 4.56	Micrografias obtidas pelo MEV das amostras recozidas em 200 °C após 1h e 4h (a) do material recebido (b) das amostras laminadas a frio com 15% de redução e (c) das amostras laminadas a quente com 20% de redução	138
Figura 4.57	Variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas a frio em 25 °C e 100 °C, com reduções próximas a 10% e 15%.	140
Figura 4.58	Variação da dureza relativa em função do tempo de recozimento das amostras laminadas a frio (25 °C e 100 °C), com reduções próximas a 10% e 15%.	141
Figura 4.59	Variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 100 °C e 200 °C, com reduções próximas a 10% e 15%.	142
Figura 4.60	Variação da dureza normalizada em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 100 °C e 200 °C, com reduções de 11% e 15%.	142

Figura 4.61	Variação da dureza normalizada em função do tempo de recozimento (200 °C) das amostras deformadas em 200 °C e 400 °C com 0,5 de grau de deformação, dados obtidos nos trabalhos de Su (2008).	143
Figura 4.62	Variação da dureza normalizada em função do tempo de recozimento (200 °C) de amostras deformadas na temperatura ambiente, obtido nos trabalhos de Su (2008).	143
Figura 4.63	Variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 250 °C, com reduções de 13%, 17% e 22%.	144
Figura 4.64	Variação da dureza relativa em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 250 °C, com reduções de 13%, 17% e 22%.	144
Figura 4.65	Variação da dureza em função do tempo de recozimento do material recebido recozidas por 1h em 200 °C.	145
Figura 4.66	Comparação dos difratogramas das amostras deformadas e recozidas em intervalos crescente de tempo (de 1 a 4 horas) com a amostra deformada A1 e o material recebido.	146
Figura 4.67	Comparação dos difratogramas das amostras deformadas e recozidas em intervalos crescente de tempo (de 1 a 4 horas) com da amostra deformada A8 e do material recebido.	147
Figura 4.68	Comparação dos difratogramas das amostras recozidas (do material recebido.) em intervalos crescentes de tempo (de 1 a 4 horas) com o material recebido.	148
Figura 4.69	Variação do parâmetro de rede (a) das amostras A1, A2, A14, a7 e A8 recozidas em 200 °C e por um período de 4 horas, as amostras previamente foram laminadas em diferentes condições.	149
Figura 4.70	Variação do parâmetro de rede (c) das amostras A1, A2, A14, a7 e A8 recozidas em 200 °C e por um período de 4 horas, as amostras previamente foram laminadas em diferentes condições.	149
Figura 4.71	Variação da relação dos parâmetros de rede (c/a) das amostras deformadas A1, A2, A14, a7 e A8 e recozidas em 200 °C por um período de 4 horas, as amostras previamente foram laminadas em diferentes condições.	150
Figura 4.72	Posição dos planos selecionados para análise da figura de pólos	151
Figura 4.73	Figuras de pólos do material recebido obtidos para os planos: a) basais (0002), b) piramidais ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) ($11\bar{2}0$).	152

Figura 4.74	Figuras de pólos de metais com estrutura hexagonal com diferentes relações de c/a: (a) $c/a > 1,633$ (Zn, Cd), (b) $c/a \sim 1,633$ (Mg, Co), (c) $c/a < 1,633$ (Ti, Zr).	153
Figura 4.75	Figura de pólos dos planos basais (0002) obtida nos trabalhos de Masoumi (2010).	154
Figura 4.76	Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 25 °C.	155
Figura 4.77	Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 100 °C.	157
Figura 4.78	Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 200 °C	158
Figura 4.79	Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 250 °C.	159
Figura 4.80	Variação das intensidades das figuras de pólos correspondentes aos planos basais (0002), piramidal ($10\bar{1}1$) e prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$) para o material recebido e as amostras laminadas no primeiro grupo.	161
Figura 4.81	Esquema da disposição dos cristais na chapa	161
Figura 4.82	Posições das maclas secundárias na estrutura hexagonal.	163
Figura 4.83	Figuras de pólos da amostra A15 (5,3%, 25 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	165
Figura 4.84	Figuras de pólos da amostra A1 (8,2%, 25 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	165
Figura 4.85	Figuras de pólos da amostra A2 (13%, 25 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	167
Figura 4.86	Figuras de pólos da amostra A4 (20,7%, 300 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	168
Figura 4.87	Figuras de pólos da amostra A5 (30,8%, 300 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	169
Figura 4.88	Figuras de pólos da amostra A6 (39,8%, 300 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	170

Figura 4.89	Figuras de pólos da amostra A7 (12,5%, 250 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).	171
Figura 4.90	Figuras de pólos das amostras A8(21,6%, 250 °C) e A9(16,8%, 250 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002) e b) piramidais ($10\bar{1}1$)	172
Figura 4.91	Figuras de pólos das amostras A10 (11,1%, 200 °C) e A11 (15,4%, 200 °C) obtidas para os planos a) basais (0002) e b) piramidal ($10\bar{1}1$).	173
Figura 4.92	Figuras de pólos das amostras A12 (8,2%, 100 °C), A13 (10,1%, 100 °C) e A14 (15,4%, 100 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002) e b) piramidal ($10\bar{1}1$).	174
Figura 4.93	Figuras de pólos da amostra Amostras A16 (14,4%, 25 °C) obtidas para os planos: a) Basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) Prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) ($11\bar{2}0$).	175
Figura 4.94	Variação das intensidades das figuras de pólos correspondentes aos planos basais (0002), piramidais ($10\bar{1}1$) e prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$) para o material recebido e as amostras laminadas no segundo grupo	177

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Definição	Unidade
a	Parâmetros de rede	Mn
<a>	Vetor de Burgers	-
Al	Elemento alumínio	-
c	Parâmetros de rede	nm
d	Espaçamento entre planos atômicos	nm
HV _o	Dureza Vickers do material recebido	kgf/mm ²
HV _l	Dureza Vickers da amostra laminada	kgf/mm ²
D _o	Constante de interdifusão	cm ² s ⁻¹
d	Espaçamento entre planos atômicos	nm
DN	Direção normal	-
DL	Direção de laminação	-
DT	Direção transversal	-
Q _o	Energia livre	[kJ/mol]
Fe	Elemento ferro	-
Cu	Elemento cobre	-
Ni	Elemento níquel	-
Mg	Elemento magnésio	-
Mn	Elemento manganês	-
Si	Elemento silício	-
Zn	Elemento zinco	-
Th	Elemento tório	-
T _H	Temperatura homóloga	K
Ce	Elemento cério	-
Q	Energia de ativação	kJ/mol

Z	Parâmetro de Zener	-
α	Ângulo radial	
ε_w	Deformação verdadeira desenvolvida na largura	-
ε_t	Deformação verdadeira desenvolvida na espessura	-
l_0	Comprimento inicial	mm
l_f	Comprimento final	mm
λ	Comprimento de onda	nm
2θ	Ângulo de difração	
ω_0	Largura inicial	mm
ω_f	Largura final	mm
r	Anisotropia normal	-

LISTA DE ABREVIATURAS

Abreviação	Descrição
ASTM	American Society for Testing and Materials
BSE	Backscattered Electrons
CRSS	Tensão crítica de cisalhamento
DRX	Difração de raios X
DDRX	Recristalização dinâmica descontínua
EBSD	Difração de elétrons retroespalhados
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva por raios X
FDOC	Função de distribuição de orientação cristalina
ICDD	International Center for Diffraction Data
IACS	International Annealed Copper Standard
HCP ; hcp	Estrutura hexagonal compacta
GBS	Grain boundary sliding
MEV	Microscópio eletrônico de varredura

SUMÁRIO

	Página
RESUMO	i
ABSTRACT	ii
LISTA DE TABELAS	iii
LISTA DE FIGURAS	v
LISTA DE SÍMBOLOS	xiv
LISTA DE ABREVIATURAS	xvi
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 MOTIVAÇÃO E OBJETIVO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 Breve resenha histórica	4
2.2 Características do magnésio e suas ligas.	5
2.3 Classificação, aplicação e propriedades das ligas de magnésio.	7
2.4 Cristalografia e deformação plástica das ligas de magnésio	10
2.5 Condições de deformação e anisotropia da liga de magnésio AZ31B	14
2.6 Efeito dos elementos de liga e fases intermetálicas	20
2.7 Resistência à corrosão das ligas de magnésio	24
2.8 Resistência mecânica da liga de magnésio AZ31B	25
2.9 Laminação de ligas de magnésio	27
2.10 Recuperação, recristalização e crescimento de grão	29
2.11 Mobilidade atômica e diagrama de fases aplicáveis à liga AZ31B	41

2.12	Análise microestrutural por difração de raios X	48
2.13	Textura cristalográfica	51
3	MATERIAIS E MÉTODOS	62
3.1	Materiais	62
3.2	Metodologia	62
3.2.1	Caracterização microestrutural inicial	64
3.2.2	Tratamentos térmicos do material recebido	68
3.2.3	Laminações	68
3.2.4	Tratamentos térmicos após deformação	71
3.2.5	Caracterização microestrutural após as laminações e tratamentos térmicos	72
3.2.6	Análise de textura	72
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	77
4.1	Caracterização microestrutural do material como recebido	77
4.2	Tratamentos térmicos de recozimento do material recebido	89
4.3	Laminações	95
4.3.1	Deformações em diferentes temperaturas de laminação com redução de espessura constante de 30%.	95
4.3.2	Deformações em diferentes temperaturas de laminação e reduções variáveis.	109
4.4	Tratamentos térmicos após deformação	130
4.5	Análise da textura das amostras deformadas por laminação	150
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	178
6	CONCLUSÕES	182
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	183

8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	184
	Anexo 1	A1
	Anexo 2	A8

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, como estratégia de economia energética e por razões ecológicas, as indústrias automobilísticas e aeronáuticas continuam investindo no uso intenso de materiais leves, com características mecânicas satisfatórias para a construção de componentes estruturais. Em resposta a essa tendência, as ligas de magnésio ganharam notável interesse e tornaram-se candidatas potenciais entre os metais leves (MORDIKE et al., 2001).

As baixas densidades e altos valores da relação de resistência mecânica e peso, comparado com outros metais leves, justifica a grande aceitação das ligas magnésio. A resistência à fluência e à corrosão, bem como a excelente capacidade de bloqueio das ondas eletromagnéticas e bom acabamento contribuíram no crescimento da aplicação das ligas de magnésio no campo eletrônico (BACH, et al., 2006).

Com o desenvolvimento dos extrudados e laminados aumentaram ainda mais as oportunidades de aplicação das ligas de magnésio, mostrando intenso crescimento na taxa de consumo nos últimos anos. Entre 2002 e 2005, o consumo mundial aumentou de 432 mil toneladas até cerca de 800 mil toneladas por ano (ROSKILL, 2008).

No entanto, a falta de informação completa relativa ao comportamento termomecânico e microestrutural das ligas de magnésio ainda limita a eficácia dos processos de deformação por laminação com altos graus de redução. Neste sentido, o presente trabalho representa uma contribuição na área de caracterização microestrutural de ligas de magnésio, visando estudar o endurecimento por deformação ou encruamento, a recristalização e o crescimento de grão em uma chapa de liga de magnésio AZ31B (Mg – 3%Al – 1%Zn – 0,3%Mn), por meio da análise da evolução microestrutural e variação das propriedades sensíveis à microestrutura.

1.2 MOTIVAÇÃO E OBJETIVOS

As ligas de magnésio têm atraído extenso esforço e interesse na investigação centrada nos comportamentos mecânicos de tração, compressão e de fadiga com a finalidade de facilitar a produção econômica das ligas de magnésio de alta

resistência. Os fabricantes de automóveis têm considerado a adequação de chapas de ligas de magnésio para substituir o aço e alumínio da estrutura e das partes internas dos automóveis. No entanto, a barreira que limita a total substituição ainda é o custo total de produção e acabado das peças. Atualmente, procura-se resolver este problema, usando processos simples que facilitem a produção de ligas trabalhadas de alta qualidade e econômicas.

As placas de ligas de magnésio produzidas por laminação são em geral mais caras do que os produtos fundidos, mas tem melhores propriedades de deformabilidade plástica após tratamentos termomecânicos.

A liga de magnésio AZ31B considerada de média resistência mecânica e alto alongamento, após deformação plástica, no estado recozido apresenta o limite de escoamento por volta de 150 MPa, limite de resistência por volta de 255 MPa e alongamento total de até 20%.

A baixa capacidade de deformação plástica na temperatura ambiente é ainda uma característica limitante na deformação das ligas de magnésio. A melhoria da deformabilidade dependerá da combinação adequada das condições de deformação e das características microestruturais da liga de magnésio a ser trabalhada. Para conseguir isso, é necessário ter o entendimento detalhado dos mecanismos de deformação plástica, o que ainda é um desafio, que está em fase de desenvolvimento em muitos centros de pesquisa.

Nesse sentido, a fim de contribuir na área de análise microestrutural e na procura de condições que melhorem a conformabilidade da liga de magnésio AZ31B, o presente trabalho tem os seguintes objetivos:

- Entender as causas da sua baixa conformabilidade a frio das ligas de magnésio;
- Estudar os fenômenos de encruamento, recristalização, crescimento normal e exagerado de grão durante os processos de laminação a frio e a quente, e durante os tratamentos térmicos antes e após a deformação;
- Estudar a evolução microestrutural e a textura cristalográfica da chapa da liga de magnésio AZ31B após deformação por laminação.

O presente trabalho inicialmente apresenta a revisão bibliográfica, onde se resume as características e propriedades microestruturais da liga de magnésio

AZ31B publicadas na literatura, depois se descrevem os fenômenos encruamento e recristalização que podem acontecer durante a deformação por laminação e nos tratamentos de recozimento. Também se descrevem os efeitos da microestrutura e da textura inicial sob a textura de deformação.

Na parte de materiais e métodos, se descreve a metodologia utilizada para o estudo do endurecimento, recristalização e o crescimento de grão durante as deformações por laminação e nos tratamentos de recozimento, assim como as técnicas utilizadas. No tópico de resultados foi analisada e discutida a evolução microestrutural durante a deformação e recozimento do material através das variações apresentadas nas micrografias, microdureza Vickers e análise de difração de raios X. Finalmente, se apresentam as conclusões em função dos resultados obtidos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Breve resenha histórica

Durante as duas guerras mundiais, a produção de ligas de magnésio foi destinada principalmente para a produção de artefatos militares. O consumo alcançou até 280.000 ton/ano, mas décadas depois foi reduzido a 10.000 t/ano. A partir de 1998 aumentou novamente para 360.000 ton/ano, a um preço de US\$ 3,6 dólares por quilograma. Nos últimos anos, a produção e a demanda de ligas de magnésio é cada vez maior (SCHUMANN, et al.2003).

As primeiras ligas de magnésio apareceram no início do século 20 e chegaram a ser consideradas como valiosos materiais estruturais industriais no final de 1920 e início da década de 1930. O setor automobilístico foi o que mais potencializou o uso das ligas de magnésio. De fato, vários modelos foram desenhados para competição na década dos anos cinquenta. O modelo Corvette SS construído com painéis de magnésio na estrutura e o modelo 300SLR da Mercedes-Benz com estrutura similar tiveram grandes êxitos nas competições, até que o último se tornou protagonista do trágico acidente de corrida automobilística, conhecida como: “As 24 horas de Le Mans”. Contudo, em 1971, a Porsche também utilizou a mesma estrutura e bateu o recorde de distância com seu modelo de peso reduzido, mas os fabricantes ficaram temerosos de usar ligas de magnésio na estrutura e preferiram orientar seus esforços de redução de peso no motor (EASTON, et al.,2008).

Em geral, até 1950 foram utilizadas apenas as ligas base a de Mg-Al-Zn e sistemas de Mg-Mn. Mais adiante, a descoberta da ação modificadora e refinadora do zircônio e das terras raras facilitou ainda mais o progresso no desenvolvimento de ligas de magnésio. Naquela época, as ligas de magnésio também foram incorporadas na construção dos aviões militares alemães, mas devido à baixa resistência à corrosão e alta inflamabilidade, outras ligas foram procuradas durante a evolução da tecnologia aeronáutica. (ERICKSON, et al. 1990). Entretanto, nos últimos anos, novamente ressurgiu a aplicação das ligas de magnésio no campo da indústria automotiva e aeronáutica devido às melhorias adquiridas na sua produção e no desempenho mecânico das mesmas. Elas retornaram como uma resposta à procura de ligas leves que reduzam o consumo energético do transporte e que contribuam às exigências ambientais relativas à emissão de gases de combustível.

As ligas de magnésio formam parte da estrutura de telefones celulares, computadores, câmaras fotográficas, rodas automotivas e aparecem em peças de motocicletas e bicicletas. Para ampliar ainda mais suas aplicações, vários centros de pesquisas direcionaram suas investigações na melhoria da produção, do processamento e das propriedades das ligas, consolidando-as como potencial alternativa frente a outros metais leves e estruturais (MORDIKE et al., 2001).

2.2 Características do magnésio e suas ligas

O magnésio é o oitavo elemento mais comum na crosta terrestre, extraível pela eletrólise de águas salinas ou por redução direta de minérios. O magnésio é um metal estrutural leve, com ponto de fusão em torno de 650 °C, e apresenta uma estrutura cristalina hexagonal compacta que afeta de sobremaneira as propriedades fundamentais de suas ligas (Tabela 2.1) (KLEINER et al., 2004).

Tabela 2.1 Propriedades físico-químicas e mecânicas do magnésio puro (KLEINER et al., 2004).

Propriedade	Valor
Cor	Cinza prateado
Densidade (Temperatura ambiente)	1,738 g/cm ³
Temperatura de fusão	650 °C ± 5 °C
Estrutura cristalina	HCP
Calor de fusão	370 ± 15 KJ/Kg
Coeficiente de expansão linear	26x10 ⁻⁶ K ⁻¹
Contração (sólido líquido)	4,2 %
Capacidade calorífica (20 °C)	1,05 KJ.(Kg K) ⁻¹
Condutividade térmica (20 °C)	155 W. (Km) ⁻¹
Condutividade elétrica (IACS)	38 %
Módulo de elasticidade	45 GPa
Limite de escoamento	90-105 MPa
Limite de resistência	160-195 MPa
Energia de defeito de empilhamento (25 °C)	125 mJ/m ²

A principal vantagem do magnésio é sua baixa densidade, da ordem de 1,738 g/cm³, valor que é 35% menor que do alumínio (2,73 g/cm³) e 80% menor que do aço (ERICKSON, 1990). A baixa densidade do magnésio confere a suas ligas elevada razão entre resistência mecânica e o peso (massa), comparável com as

ligas de alumínio e de titânio, e superior à dos aços inoxidáveis austeníticos de alta resistência mecânica e baixa liga (Tabela 2.2) (AVEDESIAN, 1999).

Tabela 2.2 Resistência específica de alguns metais. (AVEDESIAN, 1999)

Material	Nome	Resistência à tração (MPa)	Densidade (g/cm ³)	Alongamento (%)	Resistência específica (MPa)
Ligas de magnésio	AZ91	280	1,82	8	154
	AM60	270	1,79	15	151
	AZ31B-O	220	1,78	10	124
Liga de alumínio	380	315	2,70	3	117
Aço	Aço carbono	517	7,86	22	66
Plásticos	ABC	35	1,03	40	34

Os valores da resistência ao escoamento, à fluência, à fadiga, à fundibilidade e ao desgaste podem ser melhorados combinando o magnésio com alguns elementos de liga, como Al, Zn, Mn, Th, Ce e terras raras. A adição deles permite melhorar os valores de: módulo de elasticidade que fica por volta de 45 GPa; limite de escoamento na faixa de 90 a 105 MPa; limite de resistência entre 160 e 195 MPa; dureza Brinell atinge até 30HB e alongamentos próximos a 15% (CHINO et al., 2008).

Em alguns casos, os elementos de liga podem promover endurecimento por solução sólida ou por precipitação e podem diminuir a susceptibilidade à corrosão do magnésio (BROOKS, 1982).

Em comparação com os polímeros, as ligas de magnésio apresentam maiores valores de condutividade elétrica e térmica, maiores resistências ao envelhecimento (degradação pela ação do meio) na faixa de temperaturas de -20 °C a 120 °C, e são mais fáceis de reciclar, além de serem biodegradáveis (ABBOTT et al., 2009).

Por sua leveza, as ligas de magnésio disputam as aplicações com as ligas de alumínio, em especial, na área automobilística que requer metais de baixa densidade. Entretanto, apresentam algumas limitações relacionadas ao baixo módulo de elasticidade, à baixa resistência à fluência em altas temperaturas, à alta reatividade química, à baixa resistência à corrosão e um grau limitado de

conformabilidade a frio que permite alongamentos máximos da ordem de 10%. (HONEYCOMBE, 1984).

As ligas de magnésio com consideráveis teores de ferro, níquel, cobalto e cobre apresentam baixa resistência à corrosão devido a formação de fases intermetálicas de baixa solubilidade e altos potenciais de oxidação, no entanto, a adição de manganês e/ou zircônio neutraliza o efeito de tais contaminantes e melhora em certa forma a resistência à corrosão, assim como acontece com a aplicação de recobrimentos na superfície das ligas (JIANG et. al., 2008).

Outra característica que possuem as ligas de magnésio é a alta inflamabilidade, de modo que ao entrarem em contato com alguma fonte de ignição geram fortes chamas de cor branca de difícil extinção. A ignição é mais rápida se o metal pulverizado é exposto ao ar, em altas temperaturas. Isso porque o magnésio reage com o nitrogênio do ar, formando nitreto de magnésio (Mg_3N_2) de elevada reatividade. Para interromper a combustão do magnésio é necessário utilizar areia ou extintores de pó químico (HOUSH E MIKUCKI, 1990).

2.3 Classificação, aplicação e propriedades das ligas de magnésio

As ligas de magnésio classificam-se em duas categorias: em trabalhadas e fundidas. As primeiras encontram-se na forma de: extrudados (barras e perfis), laminados (placas e chapas) e trefilados (arames). Enquanto, as ligas fundidas apresentam diferentes formatos com acabamentos superficiais refinados que conferem maior tempo de vida em fadiga (LI et.al., 2006).

Segundo a norma ASTM, as ligas de magnésio são designadas por um conjunto de caracteres alfanuméricos conforme a composição química da liga e os tratamentos termomecânicos utilizados na produção. Por exemplo, algumas ligas produzidas por fundição e conformação são listadas a continuação na tabela 2.3.

Tabela 2.3 Exemplos de ligas produzidas por fundição e conformação (AVEDESIAN, 1999).

Ligas de magnésio	Nomenclatura ASTM
Fundidas em areia ou moldes permanentes	AZ91C, EZ33A, HK31A, ZK61A
Fundidas em moldes sob pressão	AM60A, AZ91A
Barras e perfis extrudados	AZ10A, HM31A, ZK21A
Placas e chapas laminadas	AZ31B, HK31A
Forjadas	AZ31B, ZK60A

Na nomenclatura das ligas de magnésio, as duas primeiras letras se referem aos elementos de liga principais e os números a continuação referem-se aos teores nominais de cada um dos elementos de liga. A letra seguinte distingue a posição do registro das ligas com igual composição na norma ASTM (A significa: primeira liga registrada, B: segunda liga registrada; C: terceira liga registrada; D: liga de alta pureza; E: liga de alta resistência à corrosão; X1: liga não registrada).

Os possíveis tratamentos térmicos ou termomecânicos realizados na liga são denotados pelas letras e números que aparecem após o hífen. Por exemplo, na liga AZ92A-T6, pela nomenclatura se sabe que a liga contém 9% de alumínio e 2% de zinco na sua composição química básica. A letra A indica que a liga foi registrada na ASTM como primeira liga que contém essa composição, o T6 após o hífen significa que a liga foi submetida ao tratamento térmico de solubilização e de envelhecimento (ERICKSON et al., 1990).

Outros exemplos dos símbolos dos elementos químicos e tratamentos térmicos das ligas de magnésio são apresentados na tabela 2.4.

Tabela 2.4 Nomenclatura dos elementos e tratamentos termomecânicos (AVEDESIAN, 1999).

Símbolos dos elementos	Símbolos dos tratamentos térmicos e termomecânicos
A=alumínio	F=como fabricado
E=terras raras	O=recozido
H=tório	H10 a H11 =levemente encruado
K=zircônio	H23, H24, H26 = encruado e parcialmente recozido
M=manganês	T4 = solubilizado
O=prata	T5 = envelhecido artificialmente
S=silício	T6 = solubilizada e envelhecida artificialmente
T=estanho	T8 = solubilizada, trabalhada a frio (encruada) e envelhecida artificialmente.
Z=zinco	

As ligas de magnésio constituídas pelo sistema Mg-Al-Zn na condição de produto fundido e/ou trabalhado são utilizadas comumente em equipamentos de transporte terrestre e aéreo. Entre elas se podem mencionar as ligas forjadas de AZ31, AZ92 e AZ61 que são usadas na parte interna das portas dos automóveis, gabinetes de computador, câmeras e de forma limitada em estruturas de aeronaves,

isso a causa da baixa tolerância ao dano e alta susceptibilidade à corrosão (LETZIG et al., 2008).

Em relação às propriedades das ligas de magnésio, em geral, se pode mencionar que apresentam alta resistência, baixa ductilidade, baixo ponto de fusão, soldável, boa resistência à fadiga, alta resistência ao impacto e baixo módulo de Young (45×10^3 MPa). Com a combinação adequada dos tratamentos térmicos e mecânicos, as ligas de magnésio podem alcançar desempenhos mecânicos próximos às ligas de alumínio, no entanto, podem ainda persistir seus baixos limites de escoamento, de deformação e resistência à fratura, os quais estão diretamente relacionados com a composição química e o histórico de produção da liga (HOUSH, et al. 1990).

A tabela 2.5 destaca as propriedades de limite escoamento e alongamento de uma variedade de ligas de magnésio submetidas a diferentes tratamentos termomecânicos. De acordo com os valores de limite de escoamento das ligas de magnésio, pode-se inferir que o limite de escoamento é influenciado consideravelmente pelo teor de alumínio na liga, para concentrações menores a 5,8% de alumínio, o limite de escoamento é melhorado com os tratamentos termomecânicos embora a ductilidade seja diminuída, enquanto em concentrações superiores o limite de escoamento diminui consideravelmente (KAINER et al., 2003).

Tabela 2.5 Propriedades mecânicas de algumas ligas de magnésio. (PANTELAKIS et al, 2007)

Ligas de magnésio	Série da liga	Densidade Kg/m ³	Limite de escoamento por compressão MPa	Alongamento máximo %
WE43-T6	Mg-Zn-RE	1,84	180	7,0
EZ33-T5	Mg-RE-Zn	1,80	110	3,0
MSR-T6	Mg-RE-Zn	1,82	205	4,0
AZ81-T4	Mg-Al-Zn	1,81	105	10,0
AZ91E-T4	Mg-Al-Zn	1,81	125	9,0
AZ91E-T6	Mg-Al-Zn	1,81	170	4,5
AZ31B-O	Mg-Al-Zn	1,78	140	10,0
WE54-T6	Mg-Zn-RE	1,85	205	4,0

No caso do material de estudo da presente pesquisa, a liga AZ31B é aplicada em componentes com requisitos de resistência mecânica média no campo da indústria eletrônica e automobilística, bem como nos componentes de motores térmicos e em moldes de injeção de materiais poliméricos.

A liga AZ31B apresenta também alta capacidade de blindagem eletromagnética e alta capacidade de amortecimento resultado de seus altos valores de resistência elétrica ($92 \text{ n}\Omega\text{m}$ a 20°C) e condutividade térmica ($76,9 \text{ W/mK}$) (HOUSH et. al., 1990).

2.4 Cristalografia e deformação plástica das ligas de magnésio

A estrutura hexagonal compacta (hcp) do magnésio apresenta uma relação dos parâmetros de rede (c/a) igual a 1,623. Este valor é pouco inferior ao modelo ideal de esferas rígidas ($c/a = 1,633$) e indica uma ligeira compressão dos planos perpendiculares ao eixo c do retículo (AVEDESIAN, 1999). De acordo com o valor da relação dos parâmetros de rede (c/a), se pode prever o tipo de deslizamento de plano que será ativado preferencialmente na deformação plástica nos materiais com estrutura hexagonal compacta. Para valores de (c/a) bem próximos ou inferiores ao ideal, se ativam predominantemente os deslizamentos de planos basais, enquanto, para valores superiores se ativam os deslizamentos prismáticos. No caso das ligas de magnésio, a deformação se desenvolve preferencialmente pelos deslizamentos de planos basais (KAINER, 2003).

Nos sistemas com estrutura hexagonal, os planos e as direções podem ser representados pelos índices de Miller (hkl) ou pelos índices de Miller-Bravais ($hkil$). Lembrando que os três eixos (a_1 , a_2 e a_3) estão contidos no plano basal e formam ângulos de 120° entre si. O quarto eixo (c) é perpendicular ao plano basal (Figura 2.1). Os índices Miller-Bravais ($hkil$) dos planos são representados pelos recíprocos dos interceptos sobre os eixos a_1 , a_2 , a_3 e c , respectivamente. A conversão dos índices de Miller (hkl) para os índices de Miller-Bravais ($hkil$), se realiza simplesmente adicionando o índice i , cujo cálculo corresponde à somatória dos dois primeiros índices com sinal contrária: $i = -(h + k)$ (PADILHA, 2005).

A estrutura hexagonal apresenta quatro sistemas independentes de deslizamento constituídos pelos planos basais e prismáticos (Tabela 2.6). Os sistemas de deslizamento dos planos piramidais não são considerados

independentes, porque cristalograficamente equivalem a deslizamentos com desvio (*cross-slip*) gerados pela combinação de um plano basal com um prismático (ZARANDI, et al. 2007).

Tabela 2.6 Características cristalográficas dos sistemas de deslizamento em metais com estrutura hcp (ZARANDI, 2007).

Plano de deslizamento	Vetor de Burgers	Descrição cristalográfica	Número de planos independentes
Basal	$\langle a \rangle$	$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Prismático	$\langle a \rangle$	$\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Piramidal (tipo I)	$\langle a \rangle$	$\{1\bar{1}01\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	4
Piramidal (tipo II)	$\langle c+a \rangle$	$\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	5

Figura 2.1 Sistemas de planos de deslizamentos em materiais com estrutura hcp (HOUSH e MIKUCKI, 1990).

O baixo número de sistemas independentes de deslizamento limita fortemente a deformação plástica da estrutura hexagonal compacta, em especial na deformação a frio, porque não cumpre com o critério de *Von Mises*, a qual indica que as deformações homogêneas sem fraturas podem acontecer, se cada cristal opera com o mínimo de cinco sistemas de deslizamento independentes, a fim de ativar e facilitar o escorregamento dos planos cristalinos (YOO, 2002). Entretanto, no mecanismo de ativação do escorregamento de planos interferem também outros fatores como: a temperatura, tensão de cisalhamento crítica necessária para ativar o

deslizamento de cada plano, presença de componentes intergranulares, defeitos cristalinos e formação de maclas que podem facilitar o deslizamento de novos sistemas de planos (PADILHA, 2005).

Com base à explicação anteriormente descrita, se conclui que a deformação plástica das ligas de magnésio ocorre predominantemente pela interação dos mecanismos de escorregamento de planos com a formação de maclas. Os deslizamentos facilmente ativados estão na direção de maior densidade atômica que correspondem aos planos basais, os quais são representados por $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ ou $\{0001\}\langle a\rangle$. Os outros três sistemas de deslizamento são ativados com o aumento da temperatura, eles correspondem aos planos prismáticos $\langle a\rangle\{10\bar{1}0\}$ e planos piramidais $\langle a\rangle\{10\bar{1}1\}$, $\langle c+a\rangle\{11\bar{2}2\}$, ilustrados na figura 2.1 (HOUSH e MIKUCKI, 1990).

Os deslizamentos de planos basais, por si só, não produzem nenhum alongamento nem encurtamento ao longo do eixo c do reticulado, porque, a disposição deles faz que ocorra o deslizamento de planos perpendiculares ao eixo c. Para inserir deformações ao longo do eixo c é necessário gerar o escorregamento dos planos piramidais com a formação de maclas. No entanto, os deslizamentos piramidais são ativados com o aumento da temperatura, deixando com isso explicado, o porquê do predomínio da formação de maclas e dos deslizamentos de planos basais nas deformações a frio (YOO et al., 2002).

As maclas apresentam formas de placas finas e sua ocorrência acontece em materiais com baixa energia de defeito de empilhamento, nucleando a partir dos defeitos de empilhamento e resultam dos deslocamentos atômicos causados por tensões mecânicas ou térmicas capazes de reorientar uma fração da microestrutura entre dois planos espelhos. A fração reorientada possui a mesma estrutura cristalina da matriz que a gerou, mas com orientação diferente. (WONSIEWICZ et al., 1967).

As maclas se caracterizam por gerar altos graus de reorientação, capazes de propiciar ou dificultar o escorregamento de outros planos. As maclas preferencialmente se formam nos planos $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$ e $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}\bar{2}\rangle$ no alongamento e retração, respectivamente (Tabela 2.7). Os alongamentos conseguidos no material podem atingir até 10% durante carregamento a frio (WONSIEWICZ E BACKOFEN, 1967).

Tabela 2.7 Características cristalográficas da formação de maclas para o magnésio puro e suas ligas (WONSIEWICZ E BACKOFEN, 1967).

Deformação produzida no eixo c	Descrição cristalográfica	Rotação causada sob o plano basal $\langle 11 \bar{2} 0 \rangle$
Alongamento	$\{10 \bar{1} 2\} \langle 10 \bar{1} \bar{1} \rangle$	86°
Retração	$\{10 \bar{1} 1\} \langle 10 \bar{1} \bar{2} \rangle$	56°
Retração	$\{10 \bar{1} 3\} \langle 1 \bar{2} 10 \rangle$	64°
Retração	$\{10 \bar{1} 1\} \{10 \bar{1} 2\}$	38°
Retração	$\{10 \bar{1} 3\} \{10 \bar{1} 2\}$	22°

Quando os escorregamentos de planos são maiores que o espaço reticular, podem-se gerar graduais reorientações dos planos, aplicando altos graus de deformação e tensões de cisalhamento distribuídas heterogeneamente. Entretanto, ao contrário dos deslizamentos, a formação de maclas gera pequenas deformações e abruptas reorientações dos planos com tensões de cisalhamentos distribuídas homogeneamente (LOU et. al., 2007).

Segundo os trabalhos de Backx (2004), as maclas podem expandir-se termicamente até atingir um grão inteiro, ou contrair-se deixando os grãos livres de maclas. Outros pesquisadores ressaltam que a tensão de cisalhamento necessária para a formação das maclas é maior que a requerida para sua eliminação, devido à necessidade de nucleação das primeiras. (LOU et al, 2006).

Durante a deformação, os contornos das maclas atuam como barreiras que restringem o movimento das discordâncias. Na interface dos contornos das maclas e das discordâncias formadas por deslizamentos de planos basais ou prismáticos, existe uma forte repulsão que permite o empilhamento de discordâncias em níveis de concentração tal que aumentam a tensão local na interface dos contornos das maclas. Algumas vezes, essa tensão local pode exceder a força coesiva dos contornos dos grãos e gerar fraturas frágeis a fim de aliviar tensões na liga (AGNEW, 2005).

Os contornos das maclas podem ser deformados por campos de tensão de longo alcance, gerados pelos empilhamentos das discordâncias localizadas nos contornos das maclas. (JIANG et. al., 2008).

2.5 Condições de deformação e anisotropia da liga de magnésio AZ31B

A deformação plástica das ligas de magnésio se efetiva por meio de escorregamentos (resultante de esforços de cisalhamento) de planos cristalinos e pela formação de maclas na estrutura, e depende principalmente da temperatura, da taxa de deformação, e das propriedades do material a ser deformado, tais como microestrutura, tamanho de grão, concentração das impurezas e textura. Com o aumento da temperatura, os deslocamentos dos planos não basais se ativam, e a tensão de escoamento e a anisotropia plástica diminuem, favorecendo o aumento da ductilidade da liga (PADILHA, 2005).

Na figura 2.2 são mostradas as curvas de tensão-deformação obtidas dos ensaios de tração da liga AZ31B feitos em várias temperaturas, nelas se nota claramente a redução da tensão de escoamento desde 307 MPa (obtida na temperatura ambiente) até 70 MPa (obtida em 250 °C) e um notável aumento da ductilidade de 18% até 149% devido ao aumento de temperatura (YI et.al., 2006).

Figura 2.2 Curvas tensão versus deformação obtidas em ensaios de tração da liga AZ31B em várias temperaturas. Foram utilizados corpos de prova cilíndricos, usinados transversalmente à direção de extrusão, e taxas de deformação $5,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (YI et.al., 2006).

A influência da taxa de deformação na resistência ao escoamento é marcante nas deformações a quente. Quanto mais baixa é a taxa de deformação, menor a resistência ao escoamento da liga, facilitando-se a ativação de vários mecanismos

de deformação e diminuindo-se as forças necessárias para a deformação. Em temperatura ambiente, as ligas de magnésio AZ31B possuem alongamentos aproximadamente de 10% a 15%, aplicando moderadas taxas de deformação, e quando se trabalha em temperaturas superiores a 200 °C podem superar os 70%. Entretanto, o aquecimento superior a 400 °C pode gerar uma acentuada oxidação do material, inviabilizando sua posterior aplicação (YI et.al., 2006).

A forte dependência da deformação com a temperatura sugere transições de diferentes mecanismos para o aumento da mobilidade das discordâncias e outros sistemas de deslizamento, além daqueles que envolvem o escorregamento de planos basais (0001), como o escorregamento de contorno de grãos (*grain boundary sliding* - GBS) e recristalização dinâmica (YI et al., 2006).

Nas temperaturas acima de 200 °C, os mecanismos de deslizamento e maclação competem entre si, quando são aplicadas altas taxas de deformação e tensões de cisalhamento na deformação (CHIN, 1970). Entretanto, combinando altas tensões de cisalhamento com altas taxas de deformação nas deformações a frio, a formação de maclas fica prioritariamente favorecida devido às restrições de escorregamento de planos e devido principalmente às menores tensões de cisalhamento (10 a 35 MPa) que as maclas precisam para sua formação, quando comparado com as tensões necessárias para o escorregamento de planos basais (15 a 45 MPa) (LOU, 2007)

É aceito que o aumento da temperatura de deformação ativa o escorregamento dos planos não basais, não obstante, se o plano estiver orientado desfavoravelmente em relação à direção de solicitação, a formação de maclas ainda pode prevalecer mais que o escorregamento de planos não basais. Contudo, em temperaturas acima de $0,5T_H=190\text{ °C}$ (T_H é a temperatura homóloga) a maclação pode ainda desempenhar um papel importante em conjunto com o escorregamento de planos e a recristalização (PADILHA et al., 2005).

Outro argumento que justifica a formação de maclas nas deformações a quente, é que as tensões de cisalhamento da formação de maclas e dos escorregamentos de planos basais não variam com a temperatura, enquanto as tensões de cisalhamento dos escorregamentos dos planos prismáticos e piramidais diminuem substancialmente com o aumento da temperatura, em especial em temperaturas acima de 200 °C, como pode ser constatado na figura 2.3 (BARNETT, 2009). Nesse sentido, é possível ter uma intensa formação de maclas nas

deformações a quente, na medida em que suas tensões de cisalhamento sejam inferiores às tensões dos deslizamentos de planos (CHAMOS, et al. 2008).

Figura 2.3 Variações das tensões críticas de cisalhamento (CRSS) necessárias para ativar os deslizamentos de planos basais, piramidais, prismáticos e para a formação de maclas (BARNETT, 2003).

Nos trabalhos experimentais de Agnew (2001), diminui-se a formação de maclas com o refino do tamanho dos grãos porque tamanhos finos de grão ($<10\mu\text{m}$) aumentam as tensões de cisalhamento para a formação de maclas, de tal forma, que superam as tensões de escorregamento de planos. Entretanto, algumas vezes, isso não é totalmente efetivado, pois as tensões de cisalhamento dos deslizamentos dos planos não basais variam também com outros parâmetros, tais como a temperatura, grau de deformação, com a concentração do soluto e com a formação de precipitados (YANG, 2008).

O enfraquecimento do mecanismo de maclação frente ou domínio dos escorregamentos de planos depende principalmente da diminuição do tamanho de grão ou do aumento da temperatura de deformação (BARNETT et al., 2004).

O refino do tamanho dos grãos pode ser alcançado com altas tensões e taxas de deformação, mas se sabe que elevadas taxas de deformação estão vinculadas

com altas temperaturas que permitem a interação de vários mecanismos de deformação com fenômenos de restauração macroestrutural e com fenômenos de difusão (KLEINER et al, 2007).

Nos trabalhos de Yang, (2008), a liga AZ31B foi encruada em diferentes temperaturas (na faixa de 150 °C a 250 °C), atingindo um grau de deformação de 0,6 e com uma taxa de deformação de $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$. Na microestrutura das amostras deformadas em temperaturas acima de 200 °C verificou-se a concorrência de crescimento de grão e recristalização dinâmica, o que ocasionou tamanhos de grão heterogeneamente distribuídos. Nas deformações feitas com baixas taxas de deformação na temperatura ambiente (25 °C), não se observou o refino dos grãos, pelo contrário, os grãos aumentaram de tamanho e apresentaram excessiva formação de maclas. Entretanto, nas temperaturas de deformação superiores que 200 °C, o aumento da taxa de deformação se conseguiu refinar o tamanho dos grãos, permitindo com isso aumentar em grande maneira a ductilidade da liga.

Quando se aplica uma serie de deformações consecutivas nas ligas de magnésio, o controle da microestrutura torna-se mais fácil, em especial, nas ligas com tamanhos de grãos menores a 10µm. Com o refinamento dos grãos se consegue níveis consideráveis de superplasticidade na deformação. Por exemplo, nas ligas com tamanho médio de grão próximo a 2,7µm, os alongamentos são de até seis vezes maiores que as ligas comerciais AZ31B com grãos grosseiros (CHINO et al., 2008).

Nos processos de laminação a frio das ligas de magnésio, os grãos geralmente ficam alongados na direção da maior deformação e os planos cristalinos adquirem uma orientação preferencial (textura cristalográfica) que aumenta a anisotropia das ligas, variando as propriedades mecânicas com a direção no interior do material (KOCKS, 1998).

As ligas de magnésio deformadas a frio por compressão (em temperaturas menores que $1/3T_f$ do material), se caracterizam por uma forte anisotropia planar e um limite de escoamento assimétrico. Esta forte anisotropia é atribuída principalmente ao efeito da assimetria da estrutura hexagonal compacta das ligas de magnésio, e é intensificada com o desenvolvimento de texturas, com a formação de maclas e os deslizamentos com desvio ("cross-slip") das discordâncias gerados na deformação. Entretanto, algumas discordâncias são imobilizadas pelas barreiras produzidas pelos defeitos cristalinos ou pelos precipitados, mudando em alguns

casos o plano de escorregamento (KLEINER, 2004).

Nas laminações a frio das ligas de magnésio, os aumentos da taxa de deformação são limitados pela forte anisotropia e pela assimetria do reticulado cristalino das ligas magnésio, deixando a maclação ser o mecanismo predominante nas deformações a frio (KOCKS, 1998).

Em chapas deformadas, o grau de anisotropia planar ou normal pode ser avaliado por meio da razão entre as deformações verdadeiras desenvolvidas na largura (ε_w) e na espessura (ε_t) da peça, mostrado na eq. (1). (SEREBRYANY et Al., 2009).

$$\text{Anisotropia normal} \rightarrow r = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_t} \quad (1)$$

Para amostras finas deformadas por laminação com pequenas taxas de deformação, o grau de anisotropia normal pode ser calculado com a eq. (2), considerando volume constante $\Delta V = 0$ (BARNETT, et al., 2009).

$$r = -\frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_w + \varepsilon_l} = \frac{\ln(w_0 / w_f)}{\ln(l_f w_f / l_0 w_0)} \quad (2)$$

Onde:

ε_l é a deformação verdadeira ao longo do comprimento;

ε_w é a deformação verdadeira ao longo da largura

w_0 e w_f são as larguras inicial e final, respectivamente;

l_0 e l_f são os comprimentos inicial e final, respectivamente.

As ligas de magnésio geralmente apresentam uma queda significativa da anisotropia com o aumento da temperatura. Na literatura, esta queda foi explicada como resultado da ativação dos deslizamentos de planos não basais ou deslizamento dos contornos dos grãos (*Grain boundary sliding* - GBS). Em ambos os mecanismos, os deslizamentos são ativados com o aumento da temperatura (KOIKE, 2003). Entretanto, nos estudos de Stanford e seus colaboradores (2011) constataram que os deslizamentos dos contornos dos grãos (*grain boundary sliding* - GBS) afetam em pouco na diminuição do valor da anisotropia nas deformações por

laminação. Eles atribuíram a queda da anisotropia simplesmente à ativação dos deslizamentos dos planos não basais (planos piramidais) devido ao aumento da temperatura.

Na figura 2.4, mostra-se as taxas de deformação utilizadas para o cálculo da anisotropia (r) em função da temperatura de deformação e a variação dos valores da anisotropia (r) comparados com trabalhos similares. Nelas, se nota que em 150 °C, o valor da anisotropia diminui para metade de seu valor obtido à temperatura ambiente.

Figura 2.4 (a) Taxas de deformação utilizadas para o cálculo da anisotropia (r) em função da temperatura de deformação (b) variação dos valores da anisotropia (r) comparados com trabalhos similares (STANFORD, et al., 2011).

Koike e seus colaboradores (2003) constataram que em temperaturas de laminação acima de 200 °C, os deslizamentos dos contornos dos grãos (*Grain boundary sliding* - GBS) são ativados pelo aumento da temperatura e pelas tensões de cisalhamentos desenvolvidas nos contornos dos grãos e contribuem significativamente na diminuição da anisotropia normal. Tais deslizamentos dos contornos dos grãos são desenvolvidos por dois mecanismos de acomodação: difusão e deslizamento de planos. As cavidades criadas pelo movimento dos contornos de grão são preenchidas rapidamente pela difusão atômica, alterando a forma dos grãos na deformação. O mecanismo de acomodação realizado com os deslizamentos por escalado das discordâncias ao longo dos contornos dos grãos

produz o deslizamento dos contornos de grão, e sua ativação é limitada pela velocidade de escalado das discordâncias.

Nos estudos experimentais de Agnew et al.(2005), a anisotropia normal também mostrou uma queda com o aumento da temperatura de laminação (Figura 2.5) e voltou a aumentar em temperaturas acima da temperatura de recristalização, provavelmente devido à interação da recristalização com o crescimento dos grãos, com a difusão, e à ativação do escorregamento dos planos não basais.

Figura 2.5 Variação da anisotropia normal (r) em função da temperatura para uma peça deformada por laminação com $\epsilon = 0,11$ (AGNEW et al., 2005)

A anisotropia das ligas de magnésio pode também diminuir com o refinamento do tamanho de grãos conseguido por recristalização ou pela adição de elementos de liga na produção das mesmas (BARNETT, 2009).

2.6 Efeito dos elementos de liga e fases intermetálicas

Na produção de ligas de magnésio determinados elementos de liga são adicionados e combinados com a matriz com a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas, tais como resistência e fluência (BROOKS, 1982). Uma forma de melhorar a resistência é induzindo o endurecimento por solução sólida ou por precipitação. Os elementos comumente utilizados para esse objetivo são: alumínio, zinco, silício, titânio, cádmio, cério e índio, nessa ordem de prioridade (MORDIKE, 2001).

O endurecimento por solução sólida prevalece quando os teores de soluto ficam dentro do limite de solubilidade, e seus efeitos dependem da diferença de tamanho atômico entre o soluto e a matriz. Quanto maior é o raio atômico do soluto comparado com a matriz, maior será a solubilidade e em consequência a dureza por solução sólida também. O aumento da dureza é resultado das tensões e deformações que os átomos do soluto impõem no reticulado da matriz. Esta interação restringe o movimento das discordâncias, exigindo com isso, maior tensão para o escorregamento de planos. Entretanto, algumas deformações facilitam a substituição de novos átomos na matriz e reduzem as tensões no reticulado (BROOKS, 1982).

O endurecimento por precipitação acontece nas ligas com teores de soluto superiores a seus limites de solubilidade, neste caso, o endurecimento depende do espaçamento, tamanho, forma, quantidade, distribuição e coerência dos precipitados. Os contornos das fases (precipitado e matriz) interferem na movimentação de discordâncias provocando o aumento da resistência e da dureza (XIEL, 2007 E ROSALIE, 2012).

Quanto menor o tamanho dos precipitados, maior é a dispersão, e o efeito de restrição no movimento das discordâncias. As ligas Mg-9,6Al e Mg-8,7Y podem endurecer por precipitação em até 20%, a liga Mg-5Zn endurece até 70% pela formação de finos precipitados de MgZn, mas nem sempre todas as ligas endurecem efetivamente por precipitação. Por exemplo, nas ligas Mg-Pb e Mg-Sn, os elementos de liga apresentam considerável solubilidade e formam precipitados durante a solubilização, porém não ocorre endurecimento significativo por precipitação, porque logo no início da formação, os precipitados perdem coerência com o reticulado da matriz, inviabilizando o endurecimento por precipitação. (BROOKS, 1982).

A maioria das ligas de magnésio da série AZ são estáveis em temperatura ambiente, apresentam boa combinação entre propriedades mecânicas, resistência a corrosão, a fluência e fundibilidade. Entretanto em temperaturas acima de 120 °C, essas propriedades diminuem. Para melhorá-las, algumas indústrias adicionam elementos de ligas como o tório, ítrio e terras raras (Ce, La, Nd, Pr), mesmo sabendo que essa adição significa um maior custo. (MORDIKE e EBERT, 2001).

No caso da liga de magnésio AZ31B, o alumínio é o principal elemento de liga adicionado para aumentar a fluidez, a resistência mecânica e a ductilidade da liga. O limite de escoamento e as tensões de cisalhamento dos deslizamentos de planos

também aumentam com as concentrações de Al e Zn em solução sólida e ajudam a suprimir a influência das impurezas de Fe e Ni, favorecendo de certa forma na resistência à corrosão. Os teores de alumínio maiores que 5% prejudicam seriamente a ductilidade, embora teores acima de 1,6% de alumínio já tornam a liga suscetível à corrosão sob tensão devido à formação de precipitados descontínuos de $Mg_{17}Al_{12}$, os quais são frequentemente acompanhados da precipitação de Mg_2Si e Mn nos contornos dos grãos. Os precipitados em conjunto tornam os contornos dos grãos ligeiramente ondulados, facilitando com isso a oxidação do material (BROOKS, 1982).

Teores de zinco menores que 1% melhoram a resistência mecânica das ligas de magnésio. Nessa concentração, o zinco pode aumentar o limite de escoamento em até 15% sem afetar a ductilidade. Entretanto, concentrações maiores que 1% reduzem a capacidade de alongamento após o processo de solubilização porque induzem à formação de grãos grosseiros suscetíveis a trincamentos gerados por tensões térmicas associadas a resfriamentos rápidos. O zinco também induz a formação de micro-porosidades nos produtos fundidos, na deformação a quente gera a formação de trincas induzidas pelo calor (*hot-cracking*), e em solução sólida quase não contribui ao endurecimento por envelhecimento (AVEDESIAN, 1999).

O zinco é mais eficiente que o alumínio no aumento da resistência da liga AZ31B por solução sólida, isso porque ele aumenta a tensão crítica de cisalhamento dos planos basais e diminui a tensão de cisalhamento crítico dos planos prismáticos, favorecendo a ductilidade da liga (LOU, 2007).

Nas ligas de magnésio que contém manganês, diferentes precipitados são formados na proporção da concentração do alumínio e manganês. As partículas de Al-Mn são frequentemente consideradas como pontos de nucleação para os grãos de magnésio do material fundido ou submetido a tratamentos térmicos (KIM et al., 2012). No entanto, a eficiência dos precipitados de manganês (Al_8Mn_5) como lugares de nucleação dos grãos de magnésio é ainda um assunto de debate, já que a correspondência cristalográfica das interfaces do Al_8Mn_5 e do cristal de magnésio é incompatível devido à falta de correlação de suas orientações cristalinas (PARK, 2007 E WANG, 2010).

Em algumas ligas, o zircônio é usado para melhorar a deformabilidade pelo refino dos grãos; o cálcio para aumentar a resistência mecânica em altas temperaturas devido à formação da fase Al_2Ca que possui um ponto de fusão

elevado; o manganês é usado para aumentar a resistência à corrosão porque consegue reagir com o ferro causador do aumento da taxa de corrosão, mas altos teores de manganês diminuem a resistência à fluência e aumentam o tamanho dos grãos (MORDIKE e EBERT, 2001). Nesse sentido, as ligas ZK60A e ZK31B que contem zinco, zircônio, tório ou cério como elementos de liga, geralmente apresentam maiores propriedades de resistência mecânica, deformabilidade e tenacidade em temperaturas superiores a 400°C. (ZHANG et al., 2007).

Os trabalhos de Wan (2008) mostraram que as ligas de magnésio AZ31B apresentam o mesmo processo de precipitação que as ligas AZ91 após tratamentos de recozimento a 200 °C em períodos maiores que duas horas, o precipitado majoritário foi principalmente o composto de $Mg_{17}Al_{12}$. A precipitação foi iniciada nos contornos dos grãos e após tempos prolongados de recozimento, os precipitados se formaram no interior dos grãos. A nucleação dos precipitados acontece preferencialmente no alinhamento das discordâncias, consumindo a energia de distorção e a concentração de soluto existente nessa região para seu rápido crescimento. Depois cada precipitado (*pinning particle*) atua como um forte obstáculo (*strong pinner*) no movimento das discordâncias. Entretanto, o poder de amortecimento das discordâncias dependerá da tensão aplicada. Segundo os estudos de Zhang (2005) e Celotto (2000), os precipitados podem se formar a partir da matriz sem passar pelas fases metaestáveis ou de transição.

Figura 2.6 Esquema do modelo de amortecimento de discordâncias proposto por Granato-Lücke (ZHANG, 2005).

A interação dos precipitados com as discordâncias interfere diretamente nas propriedades mecânicas das ligas, seguindo o modelo de Granato-Lücke (GRANATO e LUCKE, 1956) no amortecimento do deslocamento das discordâncias

em função da tensão aplicada (ZHANG, 2005). A teoria de Granato-Lücke adota um modelo simples para ilustrar a perda dinâmica e ruptura durante o processo de aumento da tensão (Figura 2.6). Com baixas tensões, as discordâncias atuam como laços que unem os precipitados e na medida em que aumentam as tensões, formam-se arcos nos laços, deixando alguns precipitados fora e continua-se a curvar até atingir a tensão de ruptura que leva ao processo de rompimento (ZHANG, 2005).

2.7 Resistência à corrosão das ligas de magnésio

As ligas de magnésio são susceptíveis a diferentes tipos de corrosão, tais como galvânica, por pites, intergranular, por fadiga e sob tensão. A corrosão é promovida principalmente por impurezas (Fe, Cu, Ni e Si) que geram efeitos adversos nas propriedades mecânicas, como a diminuição do potencial de movimento das discordâncias e/ou aumento da temperatura de recristalização. (HOUSH et al., 1990). O Si em concentrações acima de 0,5% em peso promove a oxidação das ligas, diminui o alongamento pela redução da energia de defeito de empilhamento e pela formação de precipitados que servem de obstáculos no escorregamento com desvio ("*cross-slip*") das discordâncias. As concentrações de Fe acima de 0,005% propiciam a corrosão, entretanto, para minimizar esse problema, costuma-se adicionar teores de manganês em uma proporção com o Fe (Fe/Mn) menor a 0,032 para que o ferro e o alumínio formem fases intermetálicas de $Al_x(FeMn)_y$. Contudo podem-se formar ao mesmo tempo outras fases entre o Al e Mn, as quais têm alto potencial de oxidação, tornando a liga novamente suscetível à corrosão (WATAN et al., 2004).

A corrosão por pite e a intergranular acontecem nas regiões adjacentes às fases intermetálicas ($Mg_{17}Al_{12}$ e AlMn) ou nas microtrincas, como resultado da quebra da passividade, enquanto a corrosão sob tensão acontece em ligas que são colocadas em serviço num ambiente corrosivo e sob uma tensão de tração. Os ambientes aquosos ou com umidade maior que 30% facilitam a corrosão devido à forte interação do hidrogênio com a microestrutura e as tensões, facilitando a abertura e a propagação das trincas. A intensa formação de maclas nas ligas trabalhadas também aumenta a susceptibilidade à corrosão. (CHEN, et. al., 2011).

Algumas pesquisas da área de corrosão procuram aumentar o tempo de resistência à oxidação, em especial, em meios aquosos que simulem condições

fisiológicas. Tudo, com o objetivo de ampliar as aplicações das ligas de magnésio no campo dos implantes temporários e biodegradáveis. Esse novo desafio exige melhorar a resistência à tração, aproximar o valor do módulo de elasticidade ao do tecido ósseo, e verificar os produtos finais da corrosão que podem afetar ao hospedeiro biológico (DENKANA et. al., 2005).

2.8 Resistência mecânica da liga de magnésio AZ31B

A liga AZ31B, dentre as ligas trabalhadas (*wrought magnesium alloys*), é provavelmente a mais utilizada e considerada de média resistência mecânica com razoável conformabilidade e de boa soldabilidade. Seu baixo módulo de elasticidade contribui à capacidade de amortecimento e à resistência à fadiga. (LIANG et al., 2007). No estado recozido, apresenta um limite de escoamento por volta de 150 MPa, um limite de resistência próximo a 255 MPa e um alongamento total de 20%. Sua densidade de $1,77 \text{ g/cm}^3$ é ligeiramente mais alta que do magnésio puro (HOUSH e MIKUCKI, 1990). A resistência mecânica está vinculada com as condições de deformação e a microestrutura inicial das ligas, que pode ser aprimorada com deformações feitas a temperaturas menores que 250°C e com taxas de deformação moderadas. Esta melhoria se deve principalmente ao refinamento dos grãos, fato que contribui diretamente ao aumento da ductilidade da liga (JIANG et al, 2008).

As deformações a frio das ligas previamente trabalhadas a quente e tratadas termicamente permitem notáveis encruamentos e aumentos nas tensões de deformação, melhorando a deformabilidade devido às reorientações estruturais produzidas pelas interações dos deslizamentos de planos e as maclas, bem como a diminuição da anisotropia plástica em conjunto com o enfraquecimento da textura basal das ligas de magnésio (YANG e GHOSH, 2008). Na medida em que a liga é processada a frio ou quente, as propriedades mecânicas mudam em função da temperatura de deformação. Na tabela 2.8, se observa os diferentes valores adquiridos das propriedades mecânicas após algum tratamento termomecânico.

Tabela 2.8 Propriedades típicas das ligas de magnésio comerciais na temperatura ambiente (AVEDESIAN, 1999).

Liga trabalhada	Condição	Limite de resistência		Limite de escoamento		Alongamento (%)	Resistência elétrica		Dureza Rockwell HRB	Condutividade térmica W/m-k	Especificação	
		MPa	KSI	MPa	KSI		μ-Ohm-cm	Ohms-cir.mil-ft			ASTM	AMS
AZ31B	F, extrusadas	260	37,7	180	26	14	9,2	55,2	50	96	B107	
AZ31B	H24 Chapa semi encruada (Ate 6,4 mm de espessura)	290	42	200	29	15	9,2	55,2	73	96	B90	4377
AZ31B	H24 Chapa laminada (acima de 6,4 mm de espessura)	245-275	35,5-40	150-200	22-29	5-7	9,2	55,2	73	96	B90	4377
AZ80A	Barra extrusada em T5	350	51	260	38	7	14,5	87	82	77	B107	
AZ80A	Forjada em T5	330	48	240	35	9	14,5	87	75	77	B91	4360
ZK60A	Barra extrusada em T5	365	52	295	43	11	6,0	36	88	120	B107	4352
WE43	Forjada em T5	290	42	200	29	8	14,8	88,8	85	51,3	WE43A	
AZ91E	Fundida com precisão em T6	260	37,7	140	20,3	6	12,9	77,4	80	72,7	B80	4437
Elektron 21	Fundida com precisão em T6	280	40,6	170	24,6	5	9,46	56,7	75	116	EV31A	4429
WE 43	Fundida em areia em T6	265	38,4	190	27,5	2	14,8	89	85	51,3	B80	4427

T5 e T6 =Tratamentos térmicos

As ligas de magnésio AZ31B possuem uma resistência mecânica consideravelmente elevada, podendo alcançar valores superiores a 270 MPa quando são devidamente tratadas, entretanto, quando submetidas a carregamentos compressivos, a resistência mecânica verificada é substancialmente mais baixa do que quando esta é carregada por tração. As ligas obtidas por fundição apresentam menor resistência mecânica comparada com as ligas trabalhadas e submetidas à tratamentos térmicos. Em geral, o limite de escoamento, resistência, alongamento e endurecimento ficam influenciados pela temperatura, assim como as tensões de cisalhamento necessárias para a ativação dos diferentes tipos de mecanismos de deformação (AGNEW, et.al., 2001).

2.9 Laminação de ligas de magnésio

As lâminas de ligas de magnésio são produzidas por diferentes métodos, tais como: por laminação a frio ou a quente, por prensagem, por estiramento e/ou martelamento. No presente trabalho, se realiza uma descrição sucinta dos processos de laminação porque a finalidade do trabalho é analisar especificamente a evolução microestrutural das ligas de magnésio durante as deformações por laminação.

Atualmente na indústria, a laminação das ligas de magnésio combina sequências de reduções realizadas em múltiplos laminadores alternados com tratamentos de recozimentos. Em cada passe são realizadas pequenas reduções seguidas de tratamentos de recozimentos intermediários, tudo, com o intuito de diminuir a formação de trincas (ERICKSON, 1999).

Com as laminações a quente, podem-se atingir altos graus de redução, superiores a 65%, caso não existam quedas de temperaturas durante a laminação, que geralmente são produzidas pelo intercambio de calor entre a chapa e os cilindros de laminação. Tais efeitos podem ser minimizados com o aquecimento dos cilindros, entretanto, isso resulta em uma produção de maior custo devido aos procedimentos complementares (ALLEN, 2001).

A laminação com múltiplos passes é feita normalmente a uma velocidade de 60 rpm, nos primeiros passes, a redução é limitada na faixa de 5 e 10% devido ao maior tamanho dos grãos que podem induzir a formação de trincas. Só depois do

refino dos grãos, a tensão e redução por passe é aumentada para conseguir reduções entre 30 e 60% (BROOKS, 1982).

A produção de lâminas finas com boa resistência inclui a combinação de tratamentos de fundição, homogeneização, laminação múltipla (com 12 a 18 passes) e tratamentos de recozimento em temperaturas superiores a 400 °C, as quais garantem a homogeneização completa da chapa (WATARI, 2007).

Nas laminações contínuas com altas velocidades (acima de 1000 m/min), se aproveita o calor produzido pelo atrito entre o material e os cilindros de laminação, aquecendo o material e diminuindo as chances de formar trincas (SAKAI, et al., 2007 e UTSUNOMIYA et. al., 2009).

A laminação a frio na indústria é pouco utilizada devido à baixa deformabilidade que apresentam as ligas de magnésio na temperatura ambiente, embora seja uma forma de baixar custos de produção. Algumas investigações recentes procuram resolver este problema estudando a evolução microestrutural em diferentes condições de deformação, mas os resultados gerados ainda não resolveram completamente o problema da alta anisotropia e falta de ductilidade nas deformações a frio das ligas de magnésio (STANFORD, 2011).

Segundo os trabalhos de Zhang e colaboradores (2011), nas laminações a frio da liga AZ31B, se formam trincas preferencialmente nas regiões onde existem micro-cavidades, onde o limite de deformação foi superado ou onde as deformações plásticas estão acumuladas ou existem altas deformações por cisalhamento. Além disso, as pesquisas indicam que os produtos laminados a frio (entre 25 e 100 °C) apresentam fraturas dúcteis, enquanto, nos laminados a quente (acima de 300 °C) apresentam fraturas frágeis. A diferença do modo da fratura atribui-se a presença de precipitados formados nos contornos dos grãos e às bandas de cisalhamento produzidas durante a deformação. Os precipitados ($Mg_{17}Al_{12}$) de tamanho grosseiro limitam a laminação, e interferem negativamente na resistência da liga. Por isso, ligas com baixas concentrações de alumínio e baixos teores de Mn (0,06 a 0,24%) são destinadas para laminação (WATAN et al., 2004).

Em alguns casos, as chapas das ligas de magnésio são produzidas a partir de lingotes fundidos pré-tratados termicamente em altas temperaturas antes de serem laminadas. A desvantagem deste processo é que o filme de óxido formado na superfície durante o tratamento é inserido no produto laminado, deteriorando a

qualidade da lâmina devido à contaminação por óxido e inclusões, os quais também podem facilitar a formação de trincas numa posterior deformação (POSS, 2003).

A laminação a quente (acima de 300 °C) pode promover o refinamento dos grãos pela ocorrência da recristalização dinâmica e o endurecimento por precipitação de fases intermetálicas, nesse sentido, em altas temperatura o valor da dureza da liga é influenciada pelo grau de deformação, recristalização e precipitação, sendo o primeiro que mais contribui nas propriedades mecânicas dos produtos laminados (ZARANDI et al., 2008).

Durante a laminação das ligas de magnésio, a microestrutura sofre sucessivas mudanças, os formatos dos grãos se tornam mais alongados, acompanhados de um considerável aumento na área total dos contornos de grãos. A geração simultânea das maclas e discordâncias levam à formação de estruturas complexas, onde os grãos grosseiros podem subdividir-se em diferentes componentes cristalográficos pela rotação cristalina e formação das bandas de cisalhamento e deformação. Tais heterogeneidades microestruturais geradas influem notavelmente na recristalização dinâmica, uma vez que elas têm maior potencial de nucleação porque apresentam maior densidade de defeitos cristalinos e exibem diferenças de orientação cristalina (ZARANDI, 2007).

2.10 Recuperação, recristalização e crescimento dos grãos

Com a deformação das ligas, se formam e acumulam defeitos com altas energias, termodinamicamente instáveis na microestrutura (bandas de cisalhamento, discordâncias, maclas e subgrãos), porém é necessário reduzir a quantidade de defeitos com tratamentos térmicos que ativem os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grãos com a finalidade de estabilizar a liga. Embora o recozimento aumente custos de produção, ele fornece grande versatilidade no controle da microestrutura e resistência da liga. Os tratamentos térmicos diminuem as tensões residuais e o encruamento das ligas, como resultado da ativação dos processos de restauração da estrutura (HUMPHREYS et al., 2004).

O processo de recuperação acontece por alteração da densidade e redistribuição dos defeitos cristalinos, remove os defeitos puntiformes e rearranja as discordâncias para a formação de contornos de baixo ângulo. Esta etapa ocorre sem migração dos contornos dos grãos e não é necessariamente o precursor da

recristalização (SU et al., 2008). No processo de recristalização, a formação e migração dos contornos de alto ângulo são impulsionadas pela energia armazenada na deformação previa. As mudanças microestruturais incluem mudanças no tamanho de grão e na textura como consequência da nucleação e do crescimento de novos grãos (BARNETT et al., 2004).

Alguns pesquisadores denominam como recristalização primária, aquela que ocorre principalmente nos contornos dos grãos deformados, nela o crescimento dos novos grãos livres de deformação ocorre a partir de núcleos que aumentam de tamanho até substituir completamente o grão de origem. O crescimento dos núcleos atinge dimensões aproximadamente iguais em todas as direções (equiaxiais: grãos de mesmo tamanho e morfologia), por isso, se diz que a recristalização primária induz o refinamento dos grãos e sua extensão depende do tempo, da temperatura de recozimento e das condições de deformação prévia (ION et al., 1982).

Se o grau de deformação prévia é insuficiente, a recristalização não ocorre, entretanto, altos graus de deformação aumentam a velocidade de nucleação e diminuem a temperatura de recristalização (YANG et al., 2008). Empiricamente, o intervalo da temperatura de recristalização corresponde entre 30% e 60% da temperatura absoluta de fusão. Se a liga supera a deformação crítica (percentual de trabalho a frio abaixo do qual a recristalização não ocorre), a temperatura de recristalização se torna constante (ou valor limite) (SU, 2008).

A etapa do crescimento dos grãos (crescimento normal) é considerada como a continuação do processo de migração dos contornos de grãos (recristalizados), reduzindo a energia superficial dos contornos de grão que é o que diferencia da recristalização primária. Os tratamentos térmicos em altas temperaturas aumentam continuamente em número e tamanho os grãos livres de deformação, o que indica que o crescimento dos grãos não precisa ser precedido pelos processos de recuperação e recristalização. A força motriz do crescimento dos grãos é a redução da área superficial total do grão, ou seja, quando os grãos aumentam em tamanho, decrescem em número, assim como a energia de superfície. O movimento do contorno de grãos consiste de um fluxo viscoso de planos junto à difusão de átomos de um lado do contorno de grão para o outro (PADILHA, 2005).

A recristalização secundária ou crescimento anormal descontínuo acontece com o crescimento rápido e exagerado dos grãos maiores à custa dos menores até conseguir incorporá-los. Os grãos com menor número de lados no plano tendem a

desaparecer ou contrair, enquanto os grãos com seis (hexágonos) ou mais número de lados tendem a crescer absorvendo a os menores. Entretanto, a existência de inclusões ou partículas de uma segunda fase limita o crescimento dos grãos no material (PADILHA, 2005).

Como a capacidade de deformação a frio das ligas de magnésio é baixa, a energia armazenada para a recristalização também é baixa, fazendo com isso que a temperatura de recristalização das ligas trabalhadas a frio seja bem próxima entre elas e similares ao do magnésio puro, o que corresponde a uma temperatura acima de $0,5T_H$ (T_H é a temperatura homóloga), então acima de 190 °C ativam-se os processos recuperação e recristalização. O controle da microestrutura recristalizada das ligas de magnésio é eficaz, quando não existem precipitados, mas é difícil determinar com precisão o início da recuperação e da recristalização (YANG, 2010).

Quando a recristalização ou algum processo de restauração ocorre durante o processo de deformação, se indica que aconteceu recristalização dinâmica ou recuperação dinâmica, entretanto, ambos dependem das condições de trabalho, temperatura, grau e velocidade de deformação (PADILHA, 2005).

A recuperação dinâmica reduz a energia armazenada pela aniquilação e rearranjo das discordâncias, permitindo a formação dos subgrãos (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

Com graus de deformação inferiores ao mínimo requerido para recristalizar o processo de recuperação é predominante, não permitindo a migração de contornos de grão, nem variação da forma dos grãos. Após terminar a deformação ou entre passes, o calor gerado por atrito nas amostras pode levar à recuperação estática ou recristalização, no entanto, sua ocorrência depende da energia armazenada na deformação, da temperatura e do tempo entre os passes. As pesquisas indicam que a recristalização estática ocorre em materiais com baixa energia de defeito de empilhamento (EDE), durante a deformação as discordâncias se empilham em arranjos planares, de tal forma que geram energia suficiente para ativar a recristalização. E a recuperação estática acontece em materiais com alta EDE (POSS, 2003).

Segundo os estudos de Ion (1982), durante a recristalização dinâmica acontecem progressivas rotações da estrutura cristalinas acompanhadas de processos de recuperação. Na figura 2.7 mostra-se esquematicamente o mecanismo de recristalização dinâmica durante a deformação. Nesse mecanismo proposto

(Figura 2.7), a ativação das tensões de maclação permite a reorientação dos planos basais, os quais geralmente estão posicionados perpendicularmente ao eixo da tensão aplicada, consequentemente o escorregamento de planos basais fica restrito.

Com a rotação dos reticulados cristalinos sobre os contornos dos grãos (Figura 2.7a) inicia-se o processo de recuperação dinâmica (Figura 2.7b) propiciando a formação de subgrãos. A migração local dos contornos dos subgrãos permite o coalescimento entre eles e a formação de contornos de alto ângulo (Figura 2.7c).

Figura 2.7 Representação esquemática da recrystalização em ligas de magnésio, Durante a deformação, as maclas reorientam os planos basais perpendiculares à tensão, em consequência acontece (a) uma limitada rotação dos retículos cristalinos e (b) a recuperação dinâmica das discordâncias próximas e sobre os contornos dos grãos (c) formando com isso, novos subgrãos ou grãos (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004).

Durante a recrystalização dinâmica, as zonas de cisalhamento dúctil podem se formar próximas aos contornos de grãos devido à recrystalização. Os núcleos dos novos grãos podem ficar preferencialmente orientados pelos planos basais ou não basais dependendo da temperatura de deformação. Os grupos de novos grãos podem aumentar de quantidade durante a deformação e facilitar o escorregamento dos planos não basais devido ao menor tamanho dos novos grãos (ION et al., 1982 , DEL VALLE et al., 2005). Entretanto, nos estudos de Ion (1982), se argumenta que a ocorrência de baixos ângulos de reorientação (*low misorientation angle*) nos novos

grãos e geração de forte textura não é compatível com o mecanismo proposto, o intenso escorregamento de discordâncias intensificaria a recristalização. A recuperação dinâmica, nessas limitadas regiões, desenvolveria mais subgrãos, que eventualmente, passariam a formar os contornos de alto ângulo, levando com isso a ao refinamento progressivo dos grãos durante a laminação da ligas de magnésio AZ31B (JIN et al., 2006; MYSHLYAEV et al., 2002).

Nos estudos de Sitdikov (2003) se observou que durante as deformações realizadas entre 150 e 450° C, as maclas e as interseções de seus contornos tiveram um papel importante para a recristalização dinâmica. Os núcleos se formaram preferencialmente nesses locais e variaram de orientação com relação à matriz de magnésio. Isso provavelmente aconteceu devido à rotação gerada durante a maclação. Os contornos dos grãos de baixo ângulo gerados dentro das maclas serviram de núcleos de recristalização que se transformaram em contornos de alto ângulo (MYSHLYAEV, 2002).

A força motriz que estimula a transformação dos contornos de baixo ângulo para contornos de alto grão é a interação entre o escorregamento dos planos e os contornos das maclas. A interação é favorecida pelo acúmulo de emaranhados de discordâncias, formados em resposta à deflexão do escorregamento de planos basais após o encontro com os contornos de maclas. Finalmente, os contornos de baixo ângulo dos subgrãos migram para uma configuração estável de grãos equiaxiais recristalizados (contornos de grãos de alto ângulo) com mudanças na orientação dos novos grãos. Transformação que é comumente denominada recristalização contínua (PADILHA, 2005).

Relembrando que no processo de recristalização dinâmica pode acontecer tanto a recristalização contínua como a descontínua. A primeira corresponde ao processo de recuperação que acontece com o aumento progressivo da reorientação (*misorientation*) dos contornos dos grãos devido à conversão dos contornos de baixo ângulo para alto ângulo. A recristalização contínua pode vir acompanhada de um amolecimento gradual da liga, entretanto a recristalização descontínua envolve a nucleação de grãos novos nos contornos dos grãos pré-existentes, seguido do crescimento dos grãos, o que normalmente provoca um amolecimento mais significativo nas ligas (PADILHA, 2005).

Quando o processo de deformação ocorre predominantemente pelo escorregamento dos planos basais, maclação ou por escorregamentos com desvio

(*cross-slip*), o rearranjo de discordâncias pode gerar contornos de baixo ângulo que se transformam em contornos de alto ângulo pela recristalização contínua. Entretanto, quando a deformação é controlada pelo escorregamento de discordâncias por escalada (*dislocation climb*), que também permite a geração de contornos de baixo ângulo, mas eles são transformados pela recristalização descontínua (YANG, 2009).

Na deformação a quente, os novos grãos preferencialmente se formam nos contornos de alto ângulo preexistentes (HUMPHREYS E HATHERLY, 2004). Este mecanismo se inicia com o encurvamento ou embarrigamento (*bulge*) de uma parte do contorno do grão, a migração do contorno de grão é induzida pela deformação (Figura. 2.8). O embarrigamento que é precursor de novos grãos acontece entre dois grãos que contem diferente energia de deformação e a migração dos contornos dos grãos ocorre na direção do grão com maior energia acumulada. O novo grão é essencialmente uma estrutura livre de discordâncias. No entanto, dado que o material está experimentando deformação, rapidamente discordâncias são ativadas e induzidas no novo grão, retardando com isso o crescimento do grão desenvolvido e levando a uma maior estabilidade do grão. A orientação do grão recém-formado permanece bem próxima da orientação do grão que o gerou (PADILHA et al., 2005).

Figura 2.8 Representação esquemática da migração de contorno de grão induzida por deformação. O contorno se move no sentido de afastamento do seu centro de curvatura. (a) antes da migração e (b) depois do início da migração (PADILHA et al., 2005).

Nos trabalhos de Fatemi-Varzaneh (2007), a recristalização dinâmica descontínua (DDRX) aconteceu predominante na faixa de temperatura de deformação 250 a 400 °C, aplicando taxas de deformação de 0,0005, 0,001 e 0,01

s⁻¹, como o tamanho inicial dos grãos foi suficientemente grande, predominou a DDRX porque os deslizamentos de planos cristalográficos geraram deformações heterogeneamente distribuídas na liga durante a deformação.

Segundo Sitdikov, e Kaibyshev, (2001) a recristalização dinâmica descontínua (DDRX) nas ligas de magnésio AZ31B ocorre com a formação e crescimentos de protuberâncias (embarrigamento) nos contornos dos grãos de maior tamanho e intensamente maclados. Fato que também foi constatado nos trabalhos de Fatemi-Varzaneh (2007), onde as percentagens dos grãos recristalizados dinamicamente aumentaram com a temperatura e a taxa de deformação.

A variação da fração volumétrica dos grãos recristalizados foi acompanhada com auxílio do valor do parâmetro de Zener–Hollomon, Z (FATEMI-VARZANEH, 2007).

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \quad (3)$$

Usando o valor de 164 kJ/mol para a energia de ativação Q e considerando que em altas temperaturas e baixos graus de deformação, o valor de Z é baixo e o processo de restauração prevalece majoritariamente na deformação. Com baixas temperaturas de deformação e altos valores de Z relacionados diretamente com altas taxas de deformação, obteve-se baixas frações volumétricas de grãos recristalizados devido à baixa temperatura. O tamanho dos grãos foi reduzido pelo aumento da taxa de deformação, entretanto em temperaturas acima de 300 °C aconteceu o contrário, aumentou rapidamente o tamanho dos grãos. Contudo, se a taxa de deformação aumenta (valor de Z aumenta), a temperatura de deformação decresce, a taxa de encruamento aumenta e o crescimento do tamanho dos grãos recristalizado é reduzido e limitado (FATEMI-VARZANEH, 2007).

Nos estudos de Tan (2003), se constatou que a recristalização dinâmica descontínua acontece na faixa de temperaturas de deformação de 250 e 400 °C, mas o refinamento dos grãos é insignificante em altas temperaturas, devido ao rápido crescimento dos grãos em altas temperaturas (400 °C). Dessa forma, o melhor refinamento foi conseguido em temperaturas médias, próximas a 250 °C.

Quando uma tensão é aplicada em temperaturas elevadas pode ocorrer o deslizamento dos contornos dos grãos. Mecanismo que é conhecido como deslizamento de contornos dos grãos (*grain boundary sliding* -GBS), e é importante

porque propicia superplasticidade nas ligas de magnésio. Neste mecanismo, pares de grãos se deslizam uns sobre os outros durante a deformação, acarretando processos de acomodação, uma vez que o deslizamento de um dos grãos afeta aos grãos vizinhos. Os deslizamentos geralmente desenvolvem tensões nos pontos triplos dos grãos, assim como outras perturbações que necessariamente devem ser acomodadas na microestrutura para continuar a deformação (LANGDON, 1970).

O deslizamento de contornos dos grãos (*grain boundary sliding*-GBS) (Figura 2.9) constitui um dos mecanismos de acoplamento, cuja acomodação inadequada levaria à formação de cavidades ou trincas. Este mecanismo de *grain boundary sliding* –GBS vem quase sempre acompanhado pelo mecanismo de difusão por fluência (*diffusion creep*) que é reconhecido pelo alongamento dos grãos ao longo da direção de tensão e um relativo deslocamento dos grãos, mas não haverá nenhum aumento no número de grãos ao longo do eixo da tensão (LANGDON, 1970, MATSUKI et al., 1977).

Figura 2.9 Representação esquemática do mecanismo de deslizamento de contornos de grão (*grain boundary sliding* –GBS) durante a deformação (MATSUKI et al., 1977). (a) O deslizamento dos grãos ao longo de AB movimenta os contornos dos grãos BC e BD dos grãos 1 e 2 para uma nova posição (b) para acomodar as tensões, a rotação dos grãos ocorre, realizando uma comutação de vizinhos (c) em consequência, grãos com nova orientação são desenvolvidos.

O processo de *grain boundary sliding* –GBS pode ser desenvolvido de duas formas: pela movimentação combinada (por escalada e por escorregamento) das discordâncias produzidas nas regiões próximas e adjacentes aos contornos dos grãos e pelo fluxo difusional (*diffusional flow*) (PEREZ-PRADO, 2004).

O deslizamento dos contornos dos grãos (*grain boundary sliding* –GBS) acomodados pela movimentação das discordâncias é mostrado esquematicamente na figura 2.10. Neste mecanismo, a movimentação dos contornos dos grãos inclui o a translação e rotação coordenada de vários grãos, o que gera deslocamentos de

discordâncias ao longo dos contornos dos grãos. Quando o deslocamento das discordâncias é restrito por algum obstáculo, tais como por uma partícula ou simplesmente por um ponto triplo, a concentração de tensão desenvolvida e acumulada é aliviada a través da geração de discordâncias que se movimentam através dos grãos. Entretanto, o mecanismo citado foi questionado porque o deslocamento dos empilhamentos de discordâncias é pouco provável de ser observado no interior dos grãos (PILLING E RIDLEY, 1989). Pois, se espera que as discordâncias sejam deslocadas por escalado ou por escorregamento com desvio (*cross-slip*) fora de seus planos de escorregamento no interior dos grãos, só com altas temperaturas e baixas tensões de deformação.

Figura 2.10 Representação esquemática da movimentação combinada das discordâncias. Durante o deslizamento dos contornos dos grãos, o empilhamento de discordâncias ocorre no lado oposto do contorno do grão bloqueador. As discordâncias na frente do empilhamento podem escalar o contorno do grão para que a deformação continue seu desenvolvimento (PEREZ-PRADO, 2004).

Segundo a proposta de Pilling e Ridley (1989), os contornos dos grãos também podem impedir o escorregamento das discordâncias e conseqüentemente aumentar a tensão local. Entretanto, a tensão gerada pelo empilhamento de discordâncias é aliviada pela dissociação das mesmas. As novas discordâncias podem ser deslocadas para os contornos dos grãos ou para o interior dos grãos. No interior dos grãos, as discordâncias dissociadas podem ser deslizadas ou escaladas nos contornos de grão para depois ser eliminadas ou combinadas com discordâncias antigas, formando diferentes tipos de deslizamentos nos contornos de grão. E para manter coerência na forma dos grãos, a rotação dos grãos ocorre de forma individual, em vez das rotações coordenadas de vários grãos.

Segundo Gifkins (1991), o mecanismo de deslizamento dos contornos dos grãos é ligeiramente diferente (Figura 2.11), entretanto, os deslocamentos das

discordâncias ainda desempenham um papel na acomodação. Neste modelo, os deslocamentos dos contornos dos grãos de um grupo de quatro grãos tendem a formar um vazio (Figura 2.11a) que é preenchido pela movimentação imediata de um grão da outra camada. Como os deslocamentos dos grãos se desenvolvem continuamente, o tamanho dos vazios aumenta e um grão completo da outra camada preencherá rapidamente o vazio, formando um novo grão E (Figura 2.11b).

Figura 2.11 Representação esquemática do mecanismo do GBS que envolve o movimento das discordâncias nas regiões próximas aos contornos de grão. (GIFKINS, 1991).

Os contornos dos grãos de todo o grupo se ajustam com os deslocamentos, gerando o encurvamento dos contornos do grão E e dos grãos vizinhos (Figura 2.11c). A acomodação do GBS ocorre simplesmente na região próxima aos contornos dos grãos pelo deslizamento por escalada das discordâncias, ao contrário do que acontece em outros mecanismos, onde as discordâncias se movimentam através dos grãos (GIFKINS, 1991).

Outra forma de gerar o deslocamento dos contornos de grão (*grain boundary sliding* –GBS) é por difusão. Neste mecanismo de comutação de grãos, a acomodação do GBS ocorre nos pontos triplos pela difusão. A força motriz para difusão vem da tensão induzida do transporte de matéria desde os contornos compressíveis até os limites da tensão (PILLING E RIDLEY, 1989). Este mecanismo também é explicado em termos de um grupo de quatro grãos (Figura 2.12a). O grupo de grãos se movimenta por GBS, desenvolvendo uma etapa intermediária (Figura 2.12b), nesta etapa, a forma dos grãos é alterada pela difusão na região próxima aos contornos dos grãos e nesta etapa também se forma um nó quádruplo. A migração dos contornos de alto ângulo, juntamente com o processo de GBS e a difusão desenvolvem a forma final dos grãos (Figura 2.12c). Após a conclusão da comutação, dois pontos triplos são desenvolvidos. A difusão num estágio

intermediário ocorre ao longo do caminho MQ e a matéria é transportada da região M para ambas as regiões N e Q (Figura 2.12d). Este mecanismo considera a existência de uma tensão limite, onde o mecanismo torna-se operacional. Esta tensão limite que é definida a partir da energia necessária para mudar a área superficial dos contornos dos grãos. Este mecanismo também foi questionado porque não é possível acontecer a etapa intermediária sem a geração de cavidades ou de grandes ajustes dos contornos externos.

Figura 2.12 Representação esquemática do GBS induzido por difusão (a) Grupo de grãos que experimenta uma tensão aplicada, (b) mudança de forma do grão por difusão incluindo a formação de pontas, (c) reorganização dos contornos para manter a forma equiaxial (d) difusão no interior do grão que formar parte dos quatro grãos (PILLING E RIDLEY, 1989).

Xing-Pin Chen (2011) em seus testes experimentais de múltiplas deformações a frio combinadas com tratamentos de recozimento intermediários a 300 °C da liga AZ31B, obteve um ótimo refinamento de grãos (5µm) e um gradual aumento da ductilidade. Durante os tratamentos térmicos, se constatou que as bandas de cisalhamento e as maclas foram às regiões preferenciais de nucleação dos novos grãos recristalizados. Em um trabalho similar de Su e co-autores, amostras da liga AZ31B foram primeiramente recozidas e deformadas na temperatura ambiente por compressão uniaxial. As deformações verdadeiras (ϵ) conseguidas foram 0,1, 0,3 e

0,5. Na amostra com maior deformação verdadeira de 0,5, o aumento de dureza entre o estado recozido e deformado foi de 75%. Os tratamentos de recozimentos isotérmicos feitos na faixa de 100 e 400 °C, em intervalos de 50 °C apresentaram cinéticas de recristalização fortemente dependente do grau de deformação. Com baixos graus de deformação ($\epsilon < 0,1$), a recristalização só ocorreu em temperaturas acima de 200 °C, entretanto com maiores grau de deformação ($\epsilon > 0,3$), a temperatura de recristalização decresceu para 150 °C. Pode-se concluir que as compressões uniaxiais com altos graus de deformação induzem à recristalização dinâmica com tamanhos de grãos dependentes da temperatura de deformação e da microestrutura inicial, incluindo a textura inicial (SU et al., 2008).

Nesse sentido, um controle adequado das condições de deformação e recozimento proporciona combinações desejadas de resistência e ductilidade. Tal controle da microestrutura durante o processamento termomecânico depende do completo entendimento dos mecanismos de recristalização dinâmica que operam na liga submetida à deformação (TAN, 2003).

Kaibyshev and Sitdikov (1994) indicam que o tamanho do grão varia em função da temperatura e grau de deformação e que eles estão fortemente relacionados com os parâmetros dos processos termomecânicos. No entanto, Barnett (2003) mostrou que o tamanho dos grãos é menos sensível as condições de deformação.

Segundo os trabalhos de Al-Samman (2008), a recristalização dinâmica, depende principalmente da temperatura e da taxa de deformação. Em seus testes experimentais, altas taxas de deformação (10^{-2}s^{-1}) a 200 °C geraram o refinamento dos grãos, entretanto, com a mesma taxa de deformação e em temperaturas acima de 400 °C, gerou-se o crescimento exagerado dos grãos acompanhado de fraturas nas laterais das amostras em consequência da tensão aplicada e da falta de deslizamentos de planos não basais. Com o aumento da taxa de deformação a (10^{-4}s^{-1}), evitou-se a formação de trincas em altas temperaturas (400 °C) e os grãos não apresentaram crescimento significativo.

O principal mecanismo da recristalização dinâmica proposto por alguns pesquisadores corresponde à migração de contornos de grão induzida por deformação que envolve a eliminação de defeitos devido ao aumento da superfície dos contornos dos novos grãos na direção de maior deformação, formando protuberâncias (*bulges*) ou ondulações nos contornos dos grãos, este fenômeno é

impulsionado pela energia gerada nas deformações. (PADILHA, 2005; XUYUE YANG, 2005; BARNETT, 2012).

Barnett e colaboradores (2012) analisaram a microestrutura com auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD; Electron Back Scatter Diffraction) de amostras da liga AZ31 deformadas a quente por extrusão na faixa de 350 a 500 °C e constataram a ocorrência da nucleação da recristalização dinâmica pelo mecanismo de movimentação de contornos de alto ângulo induzida por deformação (SIBM; Strain Induced Boundary Migration), onde os novos grãos apresentaram ligeiras reorientações cristalográficas.

Nos estudos de Yang (2010), o crescimento dos grãos, após o recozimento de amostras deformadas a quente, foi categorizado em três regiões em função do tamanho dos grãos: uma região com grãos finos nucleados preferencialmente nas bandas de cisalhamento geradas durante a deformação, outra com grãos relativamente maiores e isolados do resto e uma grande região com grãos de tamanho intermediário. Esse comportamento explicou a ocorrência simultânea das diferentes etapas da recristalização, incluindo a nucleação e o crescimento exagerado. A taxa de crescimento dos grãos ficou fortemente relacionada com o processo de autodifusão do magnésio, pois o valor de energia de ativação (125 ± 10 kJ/mol) calculada a partir da cinética de recristalização foi muito próximo ao valor da autodifusão do magnésio (135 kJ/mol). No entanto, se sabe que os precipitados formados nos contornos dos grãos exerceram uma força retardadora na migração do contorno dos grãos sem mudar significativamente o valor da energia de ativação.

2.11 Mobilidade atômica e diagrama de fases aplicáveis à liga AZ31

Nas ligas metálicas, é sabido que a mobilidade ou difusão atômica aleatória através do reticulado depende da estrutura cristalina, dos tamanhos atômicos dos componentes da liga, dos defeitos cristalinos e da temperatura. Um estudo completo sob a difusão em ligas de magnésio ainda não foi realizado. Isto pode ser devido ao complexo mecanismo de difusão assimétrica existente em materiais de estrutura hexagonal compacta (hcp), na qual a difusão no eixo “c” é mais rápida que no eixo “a”. Entretanto, como na maioria dos metais, o aumento de temperatura facilita a autodifusão e interdifusão do magnésio e dos elementos de liga (SHEWMON, 1989).

A difusão é o fluxo de átomos que passa através de uma determinada área e em intervalos crescentes de tempo. Em uma solução sólida substitucional, o fluxo dos átomos é resultado do movimento das lacunas e depende da concentração de soluto. O fluxo difusional é proporcional ao gradiente do potencial químico, energia que cresce como resultado da adição de soluto em condições de temperatura e pressão constante. Enquanto, a variação do coeficiente de difusão com a composição, temperatura e posição dos átomos comumente é denominado interdifusão. A difusividade intrínseca é a taxa de difusividade de cada elemento no sistema e o coeficiente de interdifusão pode ser relacionado com os coeficientes de difusão, utilizando experimentos de difusão com traçadores (SHEWMON, 1989).

Quando baixas tensões de deformação são aplicadas em temperaturas próximas a $0.8 T_f$ (Temperatura absoluta de fusão), os mecanismos de difusão e autodifusão contribuem na deformação (BRENNAN, 2012).

Na tabela 2.9 e 2.10, são mostradas as constantes de autodifusão do magnésio e as constantes de interdifusão dos elementos de liga no magnésio, respectivamente.

Tabela 2.9 Dados das constantes de autodifusão para monocristais de magnésio (BROWN,1980)

Pureza (%)	$D_{0 }$ [cm^2/s]	$D_{0\perp}$ [cm^2/s]	$Q_{0 }$ [kJ/mol]	$Q_{0\perp}$ [kJ/mol]
99,9	1,5	1,0	135,1	134,8
99,99	1,78	1,75	139,8	138,2

$D_{0\perp}$ (cm^2/s): constante de autodifusão na direção perpendicular ao eixo c e $D_{0||}$ na direção do eixo c; Q é a energia de ativação para a difusão (kJ/mol).

Tabela 2.10. Dados das constantes de interdifusão do zinco e alumínio no magnésio (GALE, 2004 E BRENNAN, 2012)

Elemento (%)	D_0 [cm^2/s]	Q_0 [kJ/mol]
Zn	0,41	119,7
Al	12	143,0
$\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$	4,6	123,1
Al_3Mg_2	$6,8 \times 10^{-2}$	83,1

No sistema Mg-Al (em pares de difusão compostos por elementos puros) na faixa de temperatura de 200 a 300 °C, se verificou a formação de fases intermetálicas Mg_2Al_3 e $Mg_{17}Al_{12}$, as quais precisaram de baixas energias de ativação para o crescimento, e seus coeficientes de interdifusão apresentaram uma forte dependência com a variação das concentrações. A interdifusão do Al no magnésio precisou de maior energia de ativação que a difusão do magnésio no alumínio. Na matriz de magnésio, o elemento de liga com maior velocidade de difusão foi o alumínio e o coeficiente de interdifusão da fase Al_3Mg_2 é menor que da fase $Al_{12}Mg_{17}$, mas a solubilidade e energia de ativação da fase Al_3Mg_2 são maiores (BROWN, 1980). Na difusão do sistema Mg-Zn, entre 568-598 K, foram identificadas a formação e o crescimento das fases intermetálicas $MgZn_2$, Mg_2Zn_3 e Mg_2Zn_{11} , a energia de ativação para o crescimento calculado foi próximo a 105 kJ/mole para fase Mg_2Zn_3 e 207 kJ/mol para $MgZn_2$ (BRENNAN, 2012)

Nos tratamentos térmicos das ligas de magnésio, o processo de recristalização pode vir acompanhado pela interdifusão e autodifusão dos elementos de liga e das fases intermetálicas, dependendo principalmente da temperatura aplicada e da concentração de soluto, entretanto, para ter uma idéia das mudanças de fases que acontecem na liga AZ31B em diferentes temperaturas, se faz uma análise dos diagramas de fases (binários e ternários) dos elementos que compõem a liga, lembrando que eles foram construídos em condições de equilíbrio, com resfriamentos lentos e graduais, portanto, a solubilidade real de um elemento (ou liga) apresenta alterações em condições de não equilíbrio (RAGHAVAN, 2007). Contudo, o diagrama de fases do sistema binário Mg-Al (Figura 2.13), mostra que o alumínio se dissolve facilmente no magnésio na temperatura eutética (437 °C) e atinge um limite de solubilidade de 12% em massa, porcentagem que diminui a 1% na temperatura ambiente. Acima do limite de solubilidade, o alumínio com o magnésio forma fases intermetálicas de $Mg_{17}Al_{12}$ (MORDIKE, 2001).

Segundo os diagramas de fases do sistema alumínio-magnésio, a liga AZ31B é a uma solução sólida homogênea, mas dependendo das condições de solidificação e resfriamento na produção da liga, ela pode conter precipitados eutéticos, assim como acontece nas ligas com concentrações de alumínio acima de 6% (AZ91, AZ60) (HABASHI, 1998). A formação de precipitados ($\alpha Mg + Mg_{17}Al_{12}$) é feita na faixa de temperatura de 150 °C a 250 °C, podendo acarretar consideráveis endurecimentos na liga (XIEL, 2007).

Figura 2.13 Diagrama de fases do sistema Mg-Al na região rica em magnésio (FRIEDRICH E MORDIKE - Magnesium Technology, 2006).

Na liga de Magnésio AZ31B, o alumínio está presente em solução sólida e na forma de fases intermetálicas Mg₁₇Al₁₂ formadas a partir de reações eutéticas e segregadas da fase líquida. A solubilização completa das fases intermetálicas precisa de tratamentos térmicos prolongados em temperaturas superiores a 400 °C, utilizando atmosferas protectoras, combinados com resfriamentos rápidos. Após tratamentos térmicos, a liga AZ31B é considerada como uma solução sólida substitucional. A temperatura *liquidus* da liga é 630 °C, enquanto a temperatura *solidus* é de 605 °C (HOUSH e MIKUCKI, 1990).

Os precipitados descontínuos de baixo ponto de fusão Mg₁₇Al₁₂ afetam negativamente as propriedades mecânicas e deterioram a resistência à fluência da liga. A solubilização seguida de resfriamentos rápidos pode minimizar esse problema, assim como a redução do teor de alumínio na produção das ligas, ou a adição de terras raras que reajam preferencialmente com o alumínio, formando novos constituintes com alta estabilidade térmica que tornam a liga resistente à fluência. Não é aconselhável reduzir totalmente a concentração de alumínio porque sua ausência reduz o limite de escoamento, a resistência à tração e a fluidez da liga (AL-SAMMAN et al., 2008).

Na maioria das ligas de magnésio comerciais, o zinco é adicionado em uma concentração de 1 a 2% para formar fases eutéticas estáveis com o Mn, Al e com

precipitados com os elementos de ligas e as impurezas presentes. Na figura 2.15b, se observa que há uma estreita faixa de temperatura onde os precipitados de Al_8Mn_5 e $\text{Al}_{11}\text{Mn}_4$ coexistem (MORDIKE, 2006).

Figura 2.15 (a) Diagrama de fases binário do sistema Mg-Mn (MORDIKE, 2006) (b) modelo termodinâmico predito para a região rica em magnésio do diagrama de fases do sistema Mg-Al-Zn-Mn (LASER et al., 2006).

Os teores de silício e manganês adicionados nas ligas de magnésio melhoram o desempenho à fluência em altas temperaturas e diminui a solubilidade do ferro no magnésio, baixando a susceptibilidade à oxidação da liga. Com o magnésio geram finos precipitados de MgMn e MgSi que induzem endurecimento das ligas. (HABASHI, 1998).

Nos estudos de Böttger et al (2005), foi realizado a projeção em equilíbrio dos precipitados da liga ternária Mg-Al-Mn com adição de 1% em peso de Zn (linha tracejada da figura 2.16), onde se concluiu que essa adição de 1% em peso de zinco tem pouco efeito sobre a formação dos precipitados de Al e Mn e indica que a liga AZ31 é muito sensível ao processo de solidificação e as pequenas flutuações das concentrações de Al e Mn na composição. Dessa forma, ligeiras diferenças de composição em uma região podem levar a significativas variações das fases e em consequência nas propriedades das ligas.

Segundo a figura 2.16, uma concentração de 0,3% de manganês pode formar facilmente precipitados de Al_8Mn_5 a partir da reação eutética a 437 °C. (BÖTTGER et al., 2005)

Figura 2.16 Projeção em equilíbrio da formação de precipitados Al e Mn do sistema ternário Mg-Al-Mn com adição de 1% de zinco, a seta indica o sentido da diminuição da temperatura (BÖTTGER, 2005).

Figura 2.17 Secção isotérmica da região rica em magnésio do sistema Mg-Al-Zn a 300 °C, onde por pontos vermelhos e pretos representam as diferentes ligas da série AZ das ligas de Mg. (LIU, 2004).

No diagrama ternário do sistema Mg-Al-Zn (Figura 2.17), a liga de magnésio AZ31B fica no vértice rico em magnésio, onde apresenta como fase majoritária a fase α Mg em solução sólida. No entanto, como a liga AZ31B contém elementos de liga de baixa solubilidade no magnésio, então é comum a formação de regiões com alta distribuição de compostos intermetálicos de alumínio, manganês e silício ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, Al_8Mn_5 , $\text{Al}_{11}\text{Mn}_4$ e SiMg) (LIU, 2004).

Após tratamento térmico acima de 400 °C durante 4h, as fases eutéticas da liga AZ31B são quase totalmente dissolvidas, formando regiões saturadas em Al e Mn, processo semelhante acontece na liga AZ91 e em alguns casos, podem gerar endurecimentos por solução sólida ou precipitação da fase β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ na liga AZ31 devido à interação da matriz com os elementos de liga e outros elementos como: Mn, Cu, Si e Fe (WAN, et al., 2008).

Essencialmente se desenvolve dois tipos de precipitação, a descontínua está representada pelo crescimento das fases intermetálicas nos contornos de alto ângulo, onde a fase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ apresenta a forma de nódulos. A precipitação contínua ocorre no interior dos grãos e geram obstáculos pouco eficientes para a movimentação das discordâncias devido à suas variadas orientações e grandes tamanhos, e estos precipitados apresentam a forma de placas, localizados paralelamente aos planos basais (LI, 2012).

2.12 Análise microestrutural por difração de raios X

A técnica de difração de raios X é amplamente usada na análise microestrutural dos materiais metálicos, esta técnica fornece informações relativas aos reticulados cristalinos do material, como dados relativos ao tamanho, perfeição e orientação cristalina. Nesta técnica se incide feixes de raios X na amostra e se analisa as radiações refletidas pelos planos cristalinos com a variação do ângulo de incidência do feixe de raios X (LÖW, 2000).

A radiação de raios X gerada pela colisão dos elétrons com o alvo consegue excitar e vibrar os elétrons da superfície ate arrancar e espalhar os elétrons da camada interna do átomo em todas as direções com a mesma freqüência do feixe incidente. Quando os átomos estão regularmente espaçados no reticulado cristalino, a radiação incidente apresenta comprimento de onda da ordem deste espaçamento.

Além disso, há a ocorrência de interferências construtivas em certas direções e interferências destrutivas em outras (CULLITY, 2001).

Por exemplo, na representação gráfica da figura 2.18, se observa a incidência de feixes monocromático de raios X com um comprimento de onda λ e com um ângulo θ num conjunto de planos cristalinos com espaçamento d . O feixe parcialmente refletido pelos planos atômicos origina uma reflexão, de acordo com a lei de Bragg. Se dois planos atômicos sucessivos paralelos, separados por uma distância d , refletem a mesma radiação, haverá uma diferença de caminho de $2d\sin\theta$, sendo θ o ângulo formado entre a radiação e o plano atômico; e se esta diferença de caminho for um múltiplo do comprimento de onda λ , tem-se uma interferência construtiva (PADILHA, 2000).

Figura 2.18 – Difração de raios X. Um feixe monocromático de raios X, com comprimento de onda λ , incidindo com um ângulo θ em um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d (PADILHA, 2000).

O feixe difratado pelo segundo plano de átomos percorre uma distância $PO + OQ$ a mais do que o feixe difratado pelo primeiro plano de átomos. A condição para que ocorra uma interferência construtiva é:

$$PO + OQ = n\lambda = 2d \sin \theta \quad (4)$$

Onde $n = 1, 2, 3, 4, \dots$

Segundo a lei de Bragg, dada por $2d \sin\theta = n\lambda$, o comprimento de onda do feixe incidente deve ser da ordem do espaçamento entre planos atômicos. Através dos valores obtidos para d , pode-se descobrir a composição da amostra e sua estrutura cristalina.

Com auxílio da figura 2.19 se pode descrever o funcionamento de um difratômetro. O feixe de raios X é gerado pela fonte S, passa pelo colimador A e

incide na amostra C, a qual está sobre o suporte H. A amostra pode ter movimentos de rotação em torno do eixo O (perpendicular ao plano da figura). O feixe difratado passa pelos colimadores B e F e incide no detector G, o qual está sobre o suporte E. Os suportes E e H são acoplados mecanicamente de modo que o movimento do detector acompanha a rotação da amostra. O acoplamento assegura que os ângulos de incidência e de reflexão sejam iguais à metade do ângulo de difração. O contador pode varrer toda a faixa de ângulos com velocidade constante ou ser posicionado manualmente em uma posição desejada. A intensidade do feixe difratado é medida por um contador (CULLITY, 2001).

A área da amostra iluminada pelo feixe, tem um diâmetro aproximado de 5 a 10 mm. A profundidade de penetração do feixe é menor que 2 μm de profundidade (BARRET, 1966).

Figura 2.19 Esquema do difratômetro (goniômetro) de raios X (CULLITY, 2001).

Os padrões e os planos de difração, as intensidades difratadas normalizadas e as distâncias interplanares são características específicas para cada substância cristalina, eles facilitam a identificação de cada fase por comparação com fichas que contém a posição (ângulo de difração ou espaçamento interplanar) e a intensidade relativa aos picos de difração de um determinado material (CULLITY, 2001).

Para acompanhar o processo de recristalização e as fases presentes em uma amostra, utilizando a difração de raios X, é necessária a análise dos padrões de

difração gerados pela amostra. Com os padrões de difração também é possível determinar os parâmetros de rede da célula unitária desde que se disponha de informações referentes aos sistemas cristalinos, grupo espaciais, índices de Miller (hkl) e suas respectivas distâncias interplanares dos picos difratados. Estes cálculos podem ser feitos por métodos manuais ou a partir de programas de computacionais (LÖW, 2000).

Uma amostra metálica que se apresente "perfeita", sem defeitos, gera um padrão de difração bem definidos. Na análise da estrutura cristalina é suposto que os átomos estão posicionados com os espaçamentos constantes. Se algum átomo estiver deslocado de sua posição inicial, causará deslocamento da onda espalhada por este átomo. E isto causará um alargamento no perfil de difração. Em materiais com alta densidade de defeitos (lacunas, discordâncias, falhas de empilhamento), uma grande quantidade dos átomos se encontra fora da posição de equilíbrio na rede, causando um alargamento acentuado no perfil de difração, proporcional a densidade de defeitos (LOW, 2000).

No padrão de difração se revela pontos com alta intensidade, quando o posicionamento dos átomos está correto. A interação da deformação com os fenômenos de recristalização, difusão e precipitação, provoca no padrão de difração pontos difusos. A ocorrência simultânea de vários fenômenos gera padrões de difração difusos (BUNGE, 1982).

2.13 Textura cristalográfica

Os processos de laminação introduzem uma distribuição preferencial da orientação dos planos cristalino, essa distribuição preferencial é conhecida como textura cristalográfica e se caracteriza por introduzir comportamentos anisotrópicos nas propriedades mecânicas. Se houver uma orientação preferencial entre os grãos, ou seja, textura, as propriedades do material serão diferentes para cada direção, sendo o material, então, considerado anisotrópico, e se a orientação dos grãos for aleatória, sem textura, o material é isotrópico e suas propriedades serão iguais em qualquer direção (KOCKS, 1998).

Nos processos de deformação, a rede cristalina dos policristais se reorienta gradualmente de forma que alguns grãos individuais adquirem uma direção preferencial no sentido do fluxo do material, nesse caso, se indica que o material

apresenta uma textura de deformação. Os processos de solidificação, de recristalização e de transformação de fases também geram textura nas ligas (STÜWE, 1969). Entretanto, cabe ressaltar que a textura não se refere à forma dos grãos, mas sim à forma como a rede cristalina desses grãos está arranjada. O alongamento dos grãos não indica necessariamente a introdução de textura e nem sempre o processo que introduz textura leva ao aparecimento de grãos alongados (PADILHA, 2005).

A textura ou macrotextura se refere à orientação de um conjunto de grãos de um material e a microtextura às orientações individuais de cada domínio cristalino. A determinação da microtextura pode ser feita em um MEV ou MET. Esta análise é feita com base na identificação de padrões de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) gerados pela amostra, também chamados padrões de Kikuchi. Os resultados de microtextura gerados pelo EBSD fornecem informações relativas a morfologia e tamanho dos grãos, distribuição de contornos, percentuais de contornos, tipo de rede cristalina, sítios coincidentes, entre outras informações. Entretanto, as informações são simplesmente de uma pequena quantidade de grãos.

A microtextura corresponde às medidas da distribuição das orientações dos planos (textura) medidas localmente num pequeno grupo de grãos analisados individualmente, entretanto, a fração volumétrica associada a uma orientação cristalina, sem considerar sua distribuição exata no material, corresponde à macrotextura que considera milhares de grãos na análise do material (WANG, 2003).

A macrotextura é obtida por difração de raios X, entretanto, a determinação da orientação individual de cada grão e sua quantificação (microtextura) é obtida por meio da difração de elétrons retroespalhados ("Electron Back-Scatter Diffraction - EBSD") (PADILHA, 2005). Uma forma de medir e representar as orientações dos grãos de um material policristalino é pela representação dos planos de um cristal em um espaço bidimensional. Esta representação denomina-se projeção estereográfica que se origina da projeção esférica, usada para posicionar os diversos planos de um cristal de acordo com suas relações angulares (CULLITY, 2001).

A partir do cristal se constrói uma esfera com o centro coincidindo com o centro do cristal, conforme a figura 2.20. A partir de cada plano traça-se uma linha perpendicular; onde a linha corta a esfera determina-se um ponto. Este ponto é chamado de pólo do plano cristalino analisado em questão. Sua posição e sua

Quando os pólos se projetam sobre um plano equatorial, gera-se uma projeção bidimensional ou estereográfica de modo que todos os pólos são possíveis de ser representados em um plano, assim como é mostrado na figura 2.21 (WANG, 2003).

Para facilitar a localização dos ângulos na projeção estereográfica é utilizada a rede estereográfica ou rede de Wulff (CULLITY, 2001). A projeção estereográfica permite identificar as direções associadas aos pólos, medir a rotação sobre estas direções, bem como identificar os planos por meio dos pólos e a medida de ângulo entre os pólos (e conseqüentemente entre os planos).

A orientação de um cristal pode ser representada no espaço pelos ângulos de Euler, que correspondem aos ângulos entre o sistema de eixos da amostra e o sistema de eixos do cristal. Os ângulos definem o espaço de Euler, no qual a orientação de cada cristal é representada por um ponto. A figura originada neste espaço pode ser descrita por uma função de distribuição de orientação cristalina (FDOC). Com base no Teorema de Euler, quaisquer dois conjuntos de coordenadas ortogonais independentes podem ser associados entre si através de uma seqüência de rotações (não mais que três) e relacionados geometricamente com os índices de Miller (KASHAYAP, 2001).

A textura pode ser determinada por meio das figuras de pólos obtidas por difração de raios X. As figuras de pólos permitem a caracterização da orientação de um número bastante significativo de grãos, sendo, portanto, um método de análise semiquantitativo.

Para determinar as figuras de pólos, o método mais utilizado é o método de reflexão de Schulz, (BUNGE, 1986). Este método, geralmente, utiliza uma amostra na forma de chapa de cerca de 10 mm^2 com uma superfície plana polida ligeiramente. Como o feixe de Raios X não deve ser transmitido através da amostra, a espessura do material deve superar os 0,2 mm. O limite superior para a espessura é determinada somente pelo desenho do porta-amostra e é normalmente de cerca de 5 mm (LOW, 2000).

A análise de difração de raios X utiliza a posição do detector de raios X fixado num ângulo de 2θ correspondente ao ângulo de difração de um plano (h k l), e é medida a intensidade de difração enquanto a amostra sofre rotação dentro de uma faixa angular pré-estabelecida. Como resultado, é traçada uma figura de pólos que representa a distribuição estatística da orientação do plano (h k l). Uma única figura

de pólos não é suficiente para determinar as componentes de textura porque cada figura representa só a distribuição das direções de um plano. Para que seja possível extrair uma visão da distribuição de orientação geral, múltiplas figuras de pólos são requeridas.

No goniômetro de textura acoplado a um difratometro de raios X, mostrado na figura 2.22, o feixe de raios X incide na amostra submetida às rotações dos eixos perpendiculares ϕ , χ e ω , onde o eixo ω coincide com Θ (RANDLE; ENGLER, 2000).

Figura 2.22 Goniômetro de textura com a geometria de reflexão (RANDLE; ENGLER, 2000)

Nesta geometria de reflexão, a amostra é posicionada no porta-amostra com a direção normal paralela ao eixo de rotação ϕ . A amostra gira em torno de seu próprio plano, ao redor do eixo normal ω , e dessa forma, o ângulo ϕ corresponde ao ângulo de rotação azimutal β de um pólo da figura de pólos. Ao completar a rotação, a amostra é inclinada ao redor do eixo χ que está relacionado com o ângulo radial α ($\alpha = 90^\circ - \chi$). O eixo χ e a figura de pólos do ângulo radial α estão na direção oposta (RANDLE E ENGLER, 2000).

A intensidade difratada é medida e coletada para cada rotação, normalmente em passos de 5° . Estes dados são, então, "plotados" em forma de isolinhas de mesma intensidade, com sistemas de coordenadas apresentados nas figuras de pólos (WANG, 2003).

Uma figura de pólos é um mapa de distribuição estatística de determinados planos $\{hkl\}$ de uma amostra policristalina, nela se registra a densidade da

orientação preferencial de um plano $\{hkl\}$ específico sobre a projeção estereográfica que tem como referência as direções dos eixos macroscópicos do material. A densidade dos pólos é representada por linhas de isodensidade e sua informação é semiquantitativa, pois representa apenas os planos $\{hkl\}$ difratados do material (RANDLE E ENGLER, 2000). Esta projeção estereográfica bidimensional com orientação específica em relação à amostra apresenta a variação das densidades dos pólos, mostrando a orientação do plano cristalino $\{hkil\}$ selecionado para análise.

Em uma chapa laminada, certas direções cristalográficas se orientam paralelamente as direções principais do fluxo do material, neste caso, paralelos ou perpendiculares à direção de laminação. A textura representada pela figura de pólos é descrita por duas orientações cristalográficas relacionadas com os eixos da chapa: DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal). (PADILHA, 2005).

Se a dispersão ao redor dessas orientações não é grande, significa que a maioria dos cristais apresenta um plano $\{hkl\}$ paralelo ao plano de laminação da chapa e na direção $\langle uvw \rangle$ paralela à direção de laminação (DL) (MASON e SCHUH, 2008).

Uma grande parte dos pesquisadores classifica a textura de deformação das ligas com estrutura hexagonal, em três grupos de acordo com o valor da relação dos parâmetros de rede (c/a) (Figura 2.23).

Figura 2.23 Texturas de laminação de metais com estrutura hcp e diferentes valores de c/a (a) Liga de magnésio com c/a bem próximo do ideal apresenta textura basal (b) zinco com $c/a >$ ideal apresenta uma inclinação de 15° a 25° da textura basal sob a direção de laminação (DL), (c) Titânio com $c/a <$ ideal mostra $20 - 40^\circ$ da textura basal através DT (WANG, 2003).

As ligas com relação c/a aproximadamente igual ao valor ideal (1,633) apresentam uma intensa textura basal formada pelo deslizamento de planos $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Enquanto, nas ligas com valores menores do que o valor ideal acontece o deslocamento dos pólos dos planos basais entre 20 e 40° sobre a direção transversal, ficando os planos inclinados ao plano normal, isso ocorre devido à combinação dos deslocamentos prismáticos $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ e basais $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$. Já nas ligas com relação de (c/a) maior que o valor ideal apresentam deslocamentos dos pólos de 15 a 25° sob a direção de laminação, gerando a combinação dos deslocamentos de planos basais $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ com piramidais $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ (WANG, 2003)

A deformação a frio das ligas de magnésio AZ31 desenvolve uma forte textura basal, o que influi negativamente à conformabilidade, pois a reorientação dos planos é induzida principalmente pela formação de maclas. Na deformação a quente, a reorientação é influenciada pelos novos grãos recristalizados que podem comprometer o escorregamento de planos e induzir a formação de trincas nos contornos de grãos (SENN e AGNEW, 2008).

Nas ligas de magnésio laminadas, os planos basais se situam geralmente de forma paralela ao plano de laminação. Algumas vezes apresentam uma notável dispersão porque apresentam uma componente fraca na direção $[11\bar{2}0]$ que fica paralela ao plano de laminação (STÜWE, 1969).

Nos processos de laminação em geral, a textura cristalográfica depende das condições de laminação, da composição química, da estrutura cristalina da liga, dos tratamentos térmicos, da quantidade de redução, da textura inicial, da taxa e do tempo de aquecimento (STÜWE, 1969).

A complexa microestrutura dos materiais com estrutura hexagonal compacta (hcp) e a falta de homogeneidade no estado deformado influenciam na textura de recristalização porque a restauração microestrutural é dependente de vários fatores, tais como: intensidade da deformação plástica, composição dos metais, temperatura dos tratamentos térmicos, taxa de nucleação e taxa de crescimento dos núcleos. Em uma situação ideal, a recristalização pode originar distribuições aleatórias dos cristais, gerando com isso a “ausência” de textura (MASOUMI et al., 2010).

As texturas de deformação e de recristalização apresentam uma estreita relação entre si, cujo controle adequado, pode permitir conhecer a direção, na qual,

uma propriedade é favorecida. Por exemplo, se pode induzir uma direção de deformação que gere uma dureza máxima (endurecimento por textura) ou uma direção onde há maior limite de fluência. As laminações feitas em uma sequência de passes de baixas reduções intercaladas com tratamentos de recozimentos evitam a formação de intensas texturas de deformação, entretanto, os tratamentos de recozimentos devem ser feitos em condições que consigam modificar as orientações cristalográficas geradas na deformação. Em geral, o processo de recuperação não modifica a textura de deformação (STÜWE, 1969).

A reorientação dos planos, causada pelas maclas, pode intensificar a textura das ligas e aumentar a assimetria das tensões de compressão. No entanto, os tratamentos termomecânicos podem enfraquecer a textura e reduzir a assimetria das tensões na liga. O escorregamento dos planos empilhados, termicamente ativado, pode eliminar os contornos das maclas. (JIANG et al., 2008)

Com o tratamento de recozimento a 400 °C, a microestrutura maclada de uma chapa de liga de magnésio com grandes grãos colunares e fases secundárias densamente distribuídas foram mudadas favoravelmente de uma textura basal para uma textura aleatória. Enquanto, a segunda fase se dissolveu completamente na matriz e os grãos colunares foram substituídos por grãos finos recristalizados que mudaram totalmente a textura da chapa (MASOUMI et al., 2010).

Intensos níveis de recristalização dinâmica levam a randomização da textura inicial na maioria dos metais, por isso, é de grande interesse prático nas deformações (HUMPHREYS, HATHERLY, 2004). No entanto, nos testes experimentais de Yi e coautores (2006), a recristalização dinâmica da liga AZ31 acarretou mudanças pouco significativas na textura, onde as intensidades da distribuição das orientações de amostras com quantidades diferentes de grãos recristalizados dinamicamente não apresentaram grandes mudanças, produzindo orientações semelhantes aos grãos da matriz. As rotações de 30° dos planos basais <0001> promovidas pela recristalização não foram suficientes para decompor a textura basal (BACKX et al., 2004; DEL VALLE et al., 2005; JÄGER et al., 2006).

Na evolução da textura é difícil separar o efeito da recristalização dos mecanismos de deformação em amostras altamente deformadas (BEAUSIR et al., 2007). Se a nucleação ocorrer na intersecção de duas maclas, a orientação dos núcleos apresenta uma forte relação com os grãos originais e algumas vezes podem

vir acompanhadas de ligeiras rotações dos planos basais $\langle 0001 \rangle$ em torno do eixo normal do cristal, persistindo com isso a textura basal (YI ET AL., 2006).

O estudo do efeito da textura basal sobre o comportamento mecânico em chapas da liga de magnésio AZ31B mostrou que a tensão residual aumenta drasticamente com a diminuição da intensidade da textura basal (CHANG, 2009 E SUWAS, 2008).

*As direções DL= RD DT=TD DN=ND

Figura 2.24 Figuras de pólos dos planos (0002), $(10\bar{1}0)$, $(10\bar{1}1)$ e $(10\bar{1}2)$ de chapas de liga de magnésio AZ31B produzidas por (a) extrusão a quente, e por laminação a frio com reduções de (b) 9% e (c) 16% (CHANG, 2009).

Na figura 2.24 são mostradas as figuras de pólos dos planos (0002), $(10\bar{1}0)$, $(10\bar{1}1)$ e $(10\bar{1}2)$ de chapas de liga de magnésio AZ31B produzidas por extrusão a quente, e subsequentemente laminados a frio com reduções de 9% e 16%. A liga produzida por laminação apresentou uma intensa textura basal que aumentou com a porcentagem de redução após ser laminado. A textura foi atribuída à combinação dos mecanismos de deslizamento de planos não basais com a maclação. A textura

basal da liga extrudada foi reforçada com a posterior laminação a frio com baixas taxas de deformação. Na figura de pólos, se nota que a propagação dos picos é substituída por uma única fibra com o aumento da distribuição do plano basal, indicando com isso, o fortalecimento e a estabilidade da textura basal. Entretanto, aumentando as taxas de deformação, a recristalização dinâmica enfraqueceu a textura basal (CHANG, 2009).

Kim e co-autores analisaram a microestrutura com auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD; Electron Back Scatter Diffraction) de amostras da liga AZ80 deformadas a quente em compressão uniaxial nas temperaturas de 400 a 450 °C e constataram a presença de uma forte textura basal (0001), cuja formação foi atribuída ao crescimento orientado dos grãos durante a deformação (KIM. et al., 2012). Nos trabalhos de Sanjari e colaboradores, altas velocidades de laminação (1000 m/min) com pequenas reduções por passe (~12%) e temperaturas acima de 400 °C conseguiram diminuir a intensidade da orientação basal das chapas laminadas devido ao aumento da fração recristalizada favorecida pela velocidade de laminação (SANJARI, et al., 2012).

A formação dos componentes de textura de recristalização de maior intensidade precisa da formação de um número suficiente de sítios potenciais de nucleação na microestrutura para assim garantir um rápido crescimento dos grãos. Os núcleos de recristalização devem possuir uma reorientação que corresponda a uma maior mobilidade dos contornos dos grãos. Esta hipótese leva a discussão de duas teorias: a) nucleação orientada, onde é assumido que ocorre a formação de núcleos com a mesma orientação cristalográfica na textura de deformação, ou seja, os núcleos iniciais determinam a textura final do material e b) crescimento orientado, onde é assumido que ocorre a formação de núcleos com várias orientações, mas que somente alguns núcleos, com orientações específicas em relação à matriz, crescem mais rapidamente, denominando a textura de recristalização. Entretanto, se as ligas apresentam precipitados grosseiros ($> 1\mu\text{m}$) podem interferir e levar ao enfraquecimento da textura (LI, 2012, WANG, 2003 E STÜWE, 1969).

Nos trabalhos de Mu e colaboradores (2011) demonstraram que a recristalização estática não muda significativamente a textura basal das ligas de magnésio fortemente deformadas.

Segundo os trabalhos experimentais de Ulacia (2010), o incremento da taxa de deformação combinado com altas temperaturas aumentou a quantidade de

maclas, as quais contribuíram na rotação da estrutura cristalina em aproximadamente 86° na maioria dos grãos. Nos trabalhos de Li (2012) também se constatou que a recristalização dinâmica contínua e descontínua aconteceu durante o processo de deformação (Figura 2.25).

Figura 2.25 a) Microestrutura, b) histograma na região onde apresentam grãos finos e grosseiros c) mapeamento dos contornos de baixo e alto ângulo, d) figuras de pólos inversa obtidas por EBSD da amostra deformada a 200 °C com uma taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} (LI, 2012).

A interação das condições de deformação com a textura ainda precisa ser estudada em profundidade. Até esta data, os estudos têm sido centrados em áreas relativamente pequenas onde o número de dados e os contornos de grãos da amostra são estatisticamente pouco confiáveis (MARTIN, 2010).

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são descritos os materiais, os equipamentos e a metodologia utilizados nos tratamentos termomecânicos, térmicos e análise microestrutural aplicados as amostras da liga de magnésio AZ31B. Além disso, se descreve as etapas desenvolvidas no trabalho experimental.

3.1 Materiais

O material de estudo utilizado na pesquisa foi uma chapa fina da liga de magnésio AZ31B (Mg – 3%Al – 1%Zn – 0,3%Mn) com 2 mm de espessura. O material foi fornecido pelo Dr. Haroldo Cavalcanti Pinto, na época Head of Group Materials Testing do Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf, Alemanha, atualmente docente da EESC- USP, São Carlos.

A chapa da liga AZ31B (material recebido) foi produzida pelo processo *twin-roll caster* na companhia chinesa “*Sinomag company*”. As laminações que utilizam o processo Twin Roll Casting se caracterizam por alimentar o material quase fundido, por meio de um bocal de cerâmica, no espaço entre os cilindros de laminação, os quais são resfriados internamente com altas vazões de água para que o material solidifique ao entrar em contato com os cilindros de laminação (WATARI et al., 2007).

A análise química da chapa será apresentada no capítulo referente aos resultados.

3.2 Metodologia

Neste trabalho, o estudo do encruamento, recristalização e crescimento de grão em uma chapa da liga de magnésio AZ31B foram feitos em várias etapas que são descritas esquematicamente na figura 3.1

Na primeira etapa, a partir do material recebido foi realizado o corte das amostras destinadas para caracterização microestrutural inicial, tratamentos térmicos e para os processos de laminação.

Figura 3.1 Esquema mostrando a seqüência de etapas realizadas no presente trabalho.

O corte das amostras destinadas para caracterização microestrutural foi realizado com um sistema de corte a frio (Isomet) que utiliza um disco fino de diamante para realizar cortes em baixa velocidade.

A caracterização microestrutural inicial e os tratamentos térmicos foram realizados em pequenas amostras com dimensões próximas a (8mm x 8mm x 2mm).

As amostras destinadas para laminação foram cortadas utilizando um sistema de corte com jato abrasivo de água, as dimensões das placas foram próximas a (62 mm x 10 mm x 2mm).

O sentido do corte das amostras destinadas à laminação foi selecionado de forma diferente para cada grupo. Para o primeiro grupo, o corte de amostras foi realizado no mesmo sentido da direção de laminação do material recebido, o que significa que a direção longitudinal é a mesma que a do material recebido, entretanto, para o segundo grupo de amostras, os cortes foram realizados a 90° da direção de laminação do material recebido, o que significa que a direção de laminação do material recebido ficou sobre a direção transversal da peça a ser laminada.

Na figura 3.2 são apresentados exemplos da posição de corte das amostras seccionadas para cada grupo de laminação. As setas próximas as pequenas placas indicam o sentido da laminação dos respectivos grupos, no primeiro grupo não mudou o sentido de laminação, já no segundo mudou 90° com relação ao sentido de laminação do material recebido.

Figura 3.2 Esquema do corte das amostras para cada grupo de laminação e a direção de laminação.

3.2.1 Caracterização microestrutural inicial

No material recebido inicialmente foi realizado a caracterização microestrutural utilizando as técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e por difração de raios X (DRX). As duas primeiras técnicas foram mais apropriadas para observação da forma e distribuição dos grãos, bem como a forma e distribuição dos precipitados. Com a técnica microscópica de MEV foi possível utilizar outros recursos, como técnicas semi-quantitativas de análise de espectroscopia de dispersão de raios X (*Energy Dispersive Spectroscopy* – EDS). As imagens das micrografias do MEV foram obtidas por elétrons retroespalhados (*Backscattered Electrons* - BSE), enquanto a detecção dos constituintes químicos na matriz e nos precipitados foi realizada pela análise de espectroscopia de energia dispersiva por raios X (EDS).

Preparação metalográfica

Na preparação metalográfica previa a caracterização microestrutural, cada amostra foi embutida a frio em resina acrílica e sua preparação completa seguiu um procedimento padrão. Inicialmente, foi efetuado o lixamento mecânico, utilizando uma seqüência de lixas com as seguintes granulometrias: 600, 1000, 1400, 2400 e

4000. Em seguida, foram realizados dois ataques metalográficos, com diferentes soluções ácidas. A primeira solução era constituída pela mistura de 10 ml de ácido nítrico, 30 ml de ácido acético, 40 ml de água destilada e 120 ml de etanol, enquanto a segunda solução era constituída de 4,2 g de ácido pícrico, 10 ml de ácido acético, 10 ml de água destilada e 100 ml de etanol. A primeira solução foi utilizada para realizar o polimento químico na superfície das amostras e a segunda para revelar os contornos dos grãos e as maclas presentes nas amostras.

A aquisição das imagens por microscopia ótica (MO) foi realizado por um microscópio ótico Olympus GX71. As imagens foram obtidas em modo de campo claro. Em algumas micrografias óticas foram realizadas as medições dos tamanhos de grão, seguindo a norma ASTM E562-02, baseada na interseção dos contornos de grão com uma linha teste de comprimento conhecido.

Dureza Vickers

Os ensaios de microdureza foram feitas na escala Vickers, utilizando um penetrador de pirâmide de diamante de base quadrada e com ângulo de 136° entre as faces opostas do diedro, que foi comprimido com a força da carga selecionada contra a superfície do material. A dureza Vickers (HV) calcula-se com relação à carga e à área da superfície impressa, que é determinada a partir das medições das suas diagonais.

As medições de Dureza Vickers foram realizadas com um durômetro Zwicker, em corpos de prova metalográficos polidos mecanicamente, usando carga de 300g. Em média foram realizadas 10 medições de dureza por amostra.

A dureza Vickers, HV, foi obtida a partir da seguinte equação:

$$HV = \frac{\text{carga (Kg}_f\text{)}}{\text{Área da impressão piramidal (mm}^2\text{)}} \quad (5)$$

Que é equivalente à: $HV = 1,8544 \frac{Q}{D^2}$

Onde: HV = Dureza Vickers (kg/mm²)

Q = carga aplicada (kg)

D = média aritmética das duas diagonais da impressão (mm).

Condutividade elétrica

A condutividade elétrica das amostras foi determinada utilizando um condutímetro digital, modelo DC-9, instalado na Companhia Brasileira de Alumínio-CBA, sendo expressa em termos da variação porcentual do padrão de condutividade do cobre puro (% de IACS; *International Annealed Copper Standard*).

A medição de condutividade elétrica de cada amostra foi feita com o objetivo de estudar o efeito dos elementos de liga e a distribuição dos precipitados na variação da condutividade com o aumento da temperatura de laminação.

As medições foram feitas na superfície de laminação, limpas previamente com uma solução diluída de nital 2%. Para realizar o tratamento estatístico foi necessário realizar em média 10 leituras para cada amostra.

Difração de raios X

A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro com radiação Cu K α ($\lambda = 0,15405$ nm) com o objetivo de identificar as fases presentes no material recebido e seus planos cristalográficos correspondentes a cada pico do difratograma. As fases foram identificadas por comparação com padrões de difração do magnésio metálico e outros possíveis compostos formados na liga AZ31B.

A partir dos difratogramas gerados pela análise de difração de raios X também foram determinados os valores dos parâmetros de rede da liga de magnésio AZ31B. O programa GSAS auxiliou neste cálculo, utilizando o método de Rietveld no ajuste e refinamento dos picos de difração.

No método Rietveld se faz uso do método matemático de mínimos quadrados para ajustar e refinar os picos de difração a um padrão difratométrico, permitindo assim extrair informações da estrutura cristalina dos materiais com base às características do equipamento de difração de raios X e características físicas da amostra.

O padrão difratométrico de um material cristalino pode ser entendido como um conjunto de picos ou reflexões individuais que estão em posições angulares 2θ . Cada pico com altura, posição, largura, forma e área de integração dependente do

tipo de átomos e posição no agrupamento atômico repetitivo que forma o cristal são proporcionais à lei de difração de Bragg (YOUNG, 1995).

Nos cálculos, o método Rietveld inclui vários tipos de parâmetros, como os parâmetros da estrutura cristalina, os parâmetros do perfil das reflexões, os parâmetros globais e os parâmetros da intensidade. Os parâmetros da estrutura cristalina dependem da posição dos átomos na célula unitária, dos deslocamentos atômicos, da densidade ocupacional nas posições atômicas, das dimensões da célula unitária e seus ângulos entre os vetores tensão-deformação, da textura, do tamanho das células cristalinas, das discordâncias e dos defeitos planares (ENGLER, 2009).

Os parâmetros do perfil das reflexões englobam: a largura das reflexões e a forma do pico. Os parâmetros globais compreendem: a função da radiação de fundo e os parâmetros de correção que abrange o zero da escala 2Θ , deslocamento da amostra e absorção. Os parâmetros de intensidade consideram o fator de escala que ajusta a altura de todas as reflexões do padrão difratométrico às do difratograma. Tais parâmetros permitem calcular o padrão difratométrico, o qual será comparado com o difratograma observado, e a diferença entre ambos será minimizada variando os parâmetros e utilizando o princípio dos mínimos quadrados.

O método de Rietveld pode utilizar um ajuste empírico a partir da forma do pico ou um ajuste a partir de parâmetros fundamentais que são características experimentais. No ajuste empírico, o método utiliza na modelagem do pico várias funções, tais como: Gauss, Lorentziana, Voigt, Pseudo-Voigt e Pearson VII (PAIVA-SANTOS, 2004).

No ajuste dos parâmetros fundamentais de difração de raios X, o método de Rietveld considera: o comprimento e a largura das fendas de incidência e de divergência, o comprimento e a largura da fonte, as fendas Soller, o comprimento e a largura da fenda do detector, e o raio primário e secundário do goniômetro (PAIVA-SANTOS, 2004). O padrão calculado ao se ajustar ao padrão observado fornece os parâmetros estruturais do material e parâmetros do perfil de difração. O termo refinamento no método de Rietveld refere-se ao processo de ajuste do modelo de parâmetros utilizados no cálculo de um padrão de difração, que seja o mais próximo do observado. O refinamento chega ao fim quando os parâmetros não variam mais e a função minimização atingiu o valor mínimo. Entretanto, a convergência deve ser acompanhada, observando-se o valor de alguns índices, calculados ao final de cada

ciclo de refinamento. Esses índices indicam ao usuário quando prosseguir, parar ou finalizar o refinamento. O índice de qualidade do refinamento, S^2 , é calculado pelo quociente dos resíduos obtidos a partir das intensidades calculadas e observadas, segundo a seguinte equação (eq.6):

$$S^2 = \frac{S_{wp}}{R_{exp}} \quad (6)$$

O resíduo R_{wp} (R ponderado) considera o erro associado a cada valor de intensidade e é função do número de contagens, enquanto que R_{exp} é o erro esperado proveniente do erro estatístico associado às intensidades medidas. O valor ideal para é a unidade, embora valores até 3 sejam aceitáveis.

Neste trabalho, para determinar os parâmetros de rede do material recebido e das amostras deformadas foi utilizado o método de ajuste de picos por parâmetros fundamentais.

3.2.2 Tratamentos térmicos do material recebido

Amostras do material recebido foram submetidas à tratamentos térmicos de recozimento por quatro horas nas temperaturas de 100, 200, 300, 400 e 500 °C, com o objetivo de estudar a evolução microestrutural da liga de magnésio AZ31B em função da temperatura de recozimento.

A evolução microestrutural que incluiu os fenômenos de recuperação microestrutural, recristalização e crescimento de grão foi acompanhada por microscopia ótica, MEV, difração de raios X e pelas medições de dureza Vickers.

3.2.3 Laminações

A deformação plástica das amostras foi realizada por laminação simples em um só passo. Tais laminações foram realizadas em dois grupos de amostras, utilizando um laminador diferente para cada grupo. O sentido das laminações do primeiro grupo foi na mesma direção de laminação do material recebido, enquanto as amostras do segundo grupo foram laminadas a 90° da direção de laminação do material recebido. Na figura 3.2 foi mostrado com detalhe o sentido das laminações de cada grupo.

1º Grupo: Deformações em diferentes temperaturas de laminação com redução de espessura fixa.

No primeiro grupo, foram realizados testes preliminares e prospectivos com o objetivo de analisar o efeito da temperatura de laminação na deformação plástica (conformabilidade).

As pequenas placas do material recebido foram reduzidas em 30% de espessura em um único passe, utilizando um laminador de pequeno porte, instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

O laminador do primeiro grupo dispunha de cilindros de 72 mm de diâmetro, que operam com uma velocidade de rotação de 20 rpm e uma velocidade periférica de laminação de 0,0754 m/s.

As temperaturas de laminação foram: 28, 100, 200 e 250 °C. Como o laminador não conta com um sistema de aquecimento integrado, cada amostra foi aquecida por 5 minutos à temperatura de laminação em um forno elétrico pequeno, controlando a temperatura com um termopar posicionado diretamente na superfície das amostras.

As perdas de calor ocasionadas pelo contato da peça com os cilindros de laminação não foram rigorosamente mensuradas, tampouco o aquecimento gerado pelo atrito das superfícies dos cilindros de laminação com as amostras.

Os dados das dimensões (comprimento, largura e espessura final) atingidas após as laminações são apresentadas em detalhe no anexo 1.

A partir desses valores foram calculadas as taxas de deformação e a anisotropia de cada amostra laminada no primeiro grupo (anexo 1).

2º Grupo: Deformações em diferentes temperaturas de laminação e reduções variáveis

Cada amostra do segundo grupo foi reduzida a uma determinada espessura e temperatura de laminação. Isso com o objetivo de estudar os efeitos do grau de deformação e temperatura de laminação nos fenômenos de endurecimento por deformação (encruamento), recristalização, crescimento normal de grão e crescimento exagerado de grão.

As laminações foram realizadas em um laminador de pequeno porte instalado nos laboratórios do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).

As vantagens deste segundo laminador em relação ao primeiro foram: a possibilidade de registro digital da carga aplicada durante a laminação e o melhor alinhamento dos cilindros de laminação. Os cilindros de laminação tinham um diâmetro de 108 mm e operaram com uma velocidade de rotação de 10 rpm, gerando uma velocidade periférica de 0,0565 m/s.

As temperaturas de laminação foram atingidas por aquecimento prévio em um forno elétrico e o controle da temperatura foi similar ao primeiro grupo.

As condições de laminação e os códigos designados a cada amostra são mostrados na tabela 3.1.

Tabela 3.1 Denominação das amostras e condições de laminação do segundo grupo.

Amostras	Código	Temperatura de laminação °C	Redução de espessura %
Amostra 1	A1	25	8
Amostra 2	A2	25	13
Amostra 3	A3	25	20
Amostra 4	A4	300	21
Amostra 5	A5	300	31
Amostra 6	A6	300	39
Amostra 7	A7	250	13
Amostra 8	A8	250	22
Amostra 9	A9	250	17
Amostra 10	A10	200	11
Amostra 11	A11	200	15
Amostra 12	A12	100	8
Amostra 13	A13	100	10
Amostra 14	A14	100	15
Amostra 15	A15	25	5
Amostra 16	A16	25	14

Assim como das amostras do primeiro grupo, os dados referidas às dimensões atingidas após as laminações no segundo grupo são mostrados em detalhe no anexo 1. Com esses dados foram calculadas as taxas de laminação e a anisotropia de cada amostra laminada (anexo 1).

A identificação das fases (precipitados) presente nas amostras deformadas foi realizada por comparação dos difratogramas obtidos experimentalmente com os padrões de difração existentes no banco de dados cristalográficos (*International Center for Diffraction Data* - ICDD).

A análise de difração foi realizado em um difratômetro Rigaku, modelo *multiflex*, instalado no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) do IPEN – CNEN/SP. Este difratômetro possui um tubo com anteparo de Cu K α 1 que gera raios X de comprimento de onda de $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$, variando a tensão aplicada entre 40 e 20 kV e da corrente entre 30 e 35 mA.

Os difratogramas das amostras deformadas foram analisados com auxílio do software “*Searchmat*”, programa que tem acesso ao banco de dados que contem múltiplas fichas cristalográficas de vários compostos.

Com os resultados de dureza e porcentagem de redução de espessura das amostras foram construídas as curvas de endurecimento por deformação (encruamento).

3.2.4 Tratamentos térmicos após deformação

Após deformação por laminação, pequenas amostras (5x5 mm²) foram seccionadas das placas laminadas e em seguida submetidas aos recozimentos isócronos de 1h, realizados nas temperaturas de 150, 200, 250 e 300 °C sem atmosfera protetora em um forno elétrico. Nessa faixa de temperatura, os fenômenos de restauração microestrutural (recuperação e recristalização primária e secundária) foram estudados a partir da análise microestrutural e difração de raios X.

Das amostras com reduções de espessura próximas a 10, 15 e 20 % foram seccionadas pequenas amostras para serem submetidas a tratamentos de recozimento isotérmico a 200 °C, variando os intervalos de tempo de recozimento.

Com os resultados de dureza foram construídas curvas de variação da dureza Vickers e curvas de dureza relativa em função do tempo de recozimento.

A dureza relativa foi definida como:

$$\Delta H = \left(\frac{H_o - H_i}{H_o - H_r} \right) \quad (7)$$

Onde: ΔH é a variação da dureza relativa, H_o é a medida de dureza do material deformado, H_i é a medida de dureza do material recozido nos intervalos de recozimento e H_r é a medida de dureza após o tempo máximo de recozimento (240 minutos).

A análise da dureza relativa foi feita com o intuito de normalizar os dados de dureza Vickers e ter uma melhor visão comparativa da taxa de endurecimento gerado num intervalo de temperatura.

3.2.5 Caracterização microestrutural após as laminações e tratamentos térmicos

As microestruturas das amostras laminadas e das amostras recozidas após serem deformadas foram estudadas com as mesmas técnicas que a caracterização inicial com o objetivo de estudar a influência do grau e da temperatura de deformação na laminação e no recozimento, respectivamente.

3.2.6 Análise de textura

Pequenos corpos de prova extraídos das amostras deformadas e do material recebido foram destinados para análise de textura em um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro de raios X Rigaku, modelo (DMAX-2000), também instalado no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) do IPEN – CNEN/SP.

As amostras deformadas por laminação foram analisadas previamente por difração de raios X para determinar a posição dos picos escolhidos para posteriormente determinar as figuras de pólos. Em seguida, os corpos de prova foram montados no goniômetro de textura, com a direção de laminação (DL) na vertical para conseguir obter as figuras de pólos na superfície de laminação das

amostras. Na figura 3.3, são ilustradas as direções dos corpos de prova deformados por laminação, onde, DL é a direção de laminação, DN a direção normal e DT a direção transversal.

Figura 3.3 Esquema representativo das direções de uma amostra deformado por laminação.

Cada amostra a ser analisada é montada sobre um suporte que pode rodar em torno de seus dois eixos perpendiculares para assim poder orientar a amostra em diferentes posições com relação ao feixe de raios X incidente. No método de reflexão utilizado, a amostra percorre uma trajetória definida pelos ângulos de latitude- α e longitude- β , mostrado na figura 3.4.

Figura 3.4 Posicionamento e movimentos da amostra na câmara de textura do aparelho de difração de raios X, para obtenção da figura de pólos.

O goniômetro da câmara de textura gira de 5 em 5 graus variando o ângulo α de 0° a 75° , sendo que, para cada posição do goniômetro o porta amostra também varia de 5 em 5 graus.

Figura 3.5 Caminho do feixe de raios X, rotação da amostra no goniômetro de textura e definição dos ângulos de instrumentos (LÖW, 2000).

De acordo com a figura 3.5, um feixe de raios X vindo da fonte é colimado por fendas de divergência verticais e horizontais até chegar à amostra. A rotação maior do goniômetro segue o círculo formado por (Θ), ela é ajustada de tal maneira que o eixo obedeça ao ângulo de Bragg (Θ) formado com o centro do eixo do feixe incidente. A condição de difração necessária é escolhida, mantendo as fendas de entrada e do contador na posição do ângulo 2Θ . Na prática, o ângulo Θ não é crítico (dentro do intervalo de $0,5^\circ$) simplesmente ajustado para o valor calculado, entretanto, a posição do contador, 2Θ , necessita, de um ajuste fino para se obter a medida de intensidade otimizada no feixe difratado. Os passos são controlados por um computador pessoal que permite obter qualquer posição angular arbitrária nos três eixos α , 2Θ e Φ (dentro de um determinado intervalo de modo que evita colisões mecânicas).

Em resumo, a fim de determinar a orientação de um plano (hkl) selecionado para análise, o difratômetro é posicionado no ângulo de Bragg (Θ) do pico de difração de interesse e a amostra é sujeita a realizar três tipos de movimento: a primeira corresponde à oscilação simples lateral, destinada a melhorar a média estatística da medida de textura por aumento do número de grãos que são analisados (oscilação Φ); a segunda corresponde à rotação em volta do eixo perpendicular à superfície da chapa (rotação β); e a terceira rotação é feita em torno do eixo paralelo à superfície da amostra, e co-planar com o feixe incidente e

difratado (rotação α). A intensidade difratada é medida e coletada para cada rotação α e β , normalmente em passos de 5° . Estes dados são, então, lançados em um gráfico ("plotados") em forma de isolinhas de intensidade com sistemas de coordenadas (Figura 3.6) (LÖW, 2000).

Figura 3.6 (a) Sistema de coordenadas α e β e (b) a projeção estereográfica correspondente (LÖW, 2000).

O ciclo de rotação de β é geralmente simétrico entre o feixe incidente e o difratado (posicionado a um ângulo θ). Um diagrama esquemático que explica o arranjo geométrico é mostrado na Figura 3.6(a) e a projeção estereográfica correspondente é dada na Figura 3.6b (LÖW, 2000).

Para a análise das amostras no presente trabalho, o difratômetro operou com radiação de $\text{CrK}\alpha_1$ que gera um comprimento de onda de $2,291 \text{ \AA}$, o passo angular para α e β foi de 5° em tempos de contagem de 5 segundos, a variação total do ângulo varrido por α foi de 0° a 75° e para o ângulo β foi de 0° até 360° .

As figuras de pólos foram geradas para os planos basais (0002), prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$) e piramidais ($10\bar{1}1$), ilustrados na Figura 3.7.

Os ângulos de Bragg (2θ) que correspondem aos planos analisados estão nas seguintes posições angulares $52,180^\circ$, $48,70^\circ$, $55,76^\circ$ e $91,32^\circ$.

Figura 3.7 Planos cristalográficos escolhidos para a análise de textura.

As informações para o cálculo das figuras de pólos são obtidas automaticamente pelo equipamento a partir das condições experimentais mencionadas anteriormente.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos nesta tese na seguinte sequência: caracterização microestrutural do material como recebido; tratamentos térmicos de recozimento do material recebido; laminações com redução de espessura constante feitas em diferentes temperaturas de laminação; e laminações com reduções e temperaturas variáveis; tratamentos térmicos após deformação e análise de textura após as laminações.

4.3 Caracterização microestrutural do material como recebido

A superfície da chapa da liga de magnésio AZ31B, na condição de material recebido, apresenta-se relativamente lisa a olho nu. Com aumentos acima de 200 vezes já é possível observar as micro-porosidades e precipitados, eventualmente até contaminações superficiais, distribuídos heterogeneamente na liga.

Na micrografia do material recebido (Figura 4.1), se nota claramente os precipitados de cor branca e as micro-porosidades de diferentes tamanhos.

Figura 4.1 Micrografia da liga AZ31B (sem polimento) com aumento de 200X, obtido por MEV.

Segundo os estudos de Böttger (2005) e Kawalla (2011), as porosidades, microcavidades e precipitados são resultado dos rápidos resfriamentos utilizados na produção da liga de magnésio AZ31B. Como o resfriamento no processo *twin roll caster*, não consegue ser totalmente homogêneo, existem grandes variações da taxa de resfriamento, desde 325 °C/s na superfície da chapa até 150 °C/s na parte central da chapa. Essas variações de taxas de resfriamento geram regiões com soluções sólidas supersaturadas com algum elemento de liga como o alumínio e/ou o

manganês, os quais se combinam facilmente e formam precipitados a base de Mg, Al e Mn. E se sabe que a presença de grandes precipitados ou aglomerados interfere diretamente no desempenho mecânico da liga e na evolução microestrutural durante a deformação (MASOUMI, 2010).

A microestrutura inicial da liga AZ31B no estado como recebido é mostrado na micrografia ótica apresentada na figura 4.2. A partir dela, determinou-se o diâmetro médio dos grãos, que ficou próximo a $(13,4 \pm 1,8 \mu\text{m})$. A medição da dureza Vickers deu o valor médio de $(49,7 \pm 1,1 \text{ kgf/mm}^2)$, que corresponde a uma dureza característica do estado recristalizado das ligas de magnésio AZ31B (SU et al., 2008).

Figura 4.2 Micrografia ótica da liga AZ31B no estado como recebido.

Figura 4.3 Micrografias obtidas com o MEV da liga AZ31B no estado como recebido.

A liga foi provavelmente submetida a tratamentos térmicos de recozimento após laminação, pois é habitual que os fabricantes forneçam produtos laminados na condição recozida. As micrografias da figura 4.3 destacam os precipitados aglomerados e isolados presentes no material recebido. Os tamanhos dos precipitados oscilaram entre 3µm e 10µm, e suas formas variaram desde bastões cilíndricos até poliedros e placas finas.

Com auxílio da técnica de análise de dispersão de energia (EDS) foram detectadas altas intensidades de Al e Mn nos precipitados (Figura 4.4), demonstrando com isso que os precipitados são ricos em tais elementos.

Segundo a literatura, os precipitados formados entre o magnésio e os elementos de liga (Al e Zn) podem ser variados: Mg_2Al_3 , $MgZn_2$, Mg_2Zn_3 , Mg_2Zn_{11} , $Mg_{17}Al_{12}$, e $(Al\ Zn)_{49}Mg_{32}$, assim como os formados entre o alumínio e manganês: Al_6Mn , Al_4Mn , $AlMn$, $Al_{11}Mn_4$, Al_8Mn_5 , Al_9Mn_{11} . Como alguns desses elementos apresentam grande afinidade com o oxigênio para formar óxidos como: MgO , Al_2O_3 e $MgAl_2O_4$, tornam a liga susceptível a sofrer corrosão (COELHO, et al., 2008; LASER et al., 2006)

Figura 4.4 Análise de dispersão de energia (EDS) de um precipitado representativo presente no material recebido da liga AZ31B.

Composição química

A composição química nominal da chapa da liga de magnésio AZ31B foi verificada por meio da análise de espectrometria de fluorescência de raios X,

utilizando-se o método semiquantitativo (*standarless*) que reconhece elementos com teores acima de 0,01% em peso. O resultado da análise é mostrado na tabela 4.1, nela se observa que a análise detectou seis elementos majoritários que estão bem próximos aos valores da composição química nominal para a liga AZ31B especificada no *Metals Handbook* e mostrada na tabela 4.2.

Tabela 4.1 Resultado da análise de fluorescência de raios X da liga AZ31 B.

Elemento	Mg	Al	Si	Mn	Cu	Zn
Concentração (% em peso)	97,158	2,384	0,053	0,218	0,005	0,182

Tabela 4.2 Composição química da liga de magnésio AZ31B em % massa (*Metals Handbook, 1999*)

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Ni	Cu	Ca	Outros (total)
2,5-3,5	0,6 -1,4	0,2 min	0,10 max	0,005 max	0,005 max	0,005 max	0,004 max	0,3 max

O elemento zinco, excepcionalmente, apareceu em menor proporção, isso provavelmente foi consequência da baixa solubilidade do zinco no magnésio, concentrando-se mais no interior dos precipitados presentes em maior quantidade em algumas regiões do material recebido. Isto se deve a maior afinidade reativa que o zinco apresenta com os elementos alumínio e o manganês (MORDIKE, 2001).

Difração de raios X

Os difratogramas são gráficos de variação da intensidade (em contagens por segundo CPS) em função do ângulo de incidência dos raios X. No difratograma obtido pela análise de difração de raios X do material recebido, inicialmente realizou-se a determinação da posição dos picos referentes aos planos cristalográficos no difratograma, e em seguida se identificou as fases cristalinas existentes na liga de magnésio AZ31B. A identificação das fases foi realizada com auxílio da base de dados ICSD. Na figura 4.5 é apresentado o difratograma de raios X de uma amostra do material recebido da liga de magnésio AZ31B. Enquanto, na figura 4.6 é apresentada uma superposição dos difratogramas que pertencem à liga AZ31B e ao magnésio puro publicado na ficha ICSD 01-089-4894 (SWANSON, 1953).

Figura 4.5 Difratograma de raios X da liga AZ31B no estado como recebido. Radiação utilizada Cu K α ($\lambda = 0,15405$ nm).

Figura 4.6 Comparação entre os difratogramas do magnésio puro (ICSD 01-089-4894) e do material recebido da liga AZ31B junto com os planos cristalinos (h k l) posicionados nos respectivos pico de difração.

Observando a posição dos picos dos difratogramas, nota-se que todos os picos do magnésio puro coincidem com a posição dos picos da liga AZ31B, confirmado com isso a maior proporção da solução sólida na constituição da microestrutura da liga.

Da comparação das intensidades dos picos (Figura 4.6), nota-se que o plano basal (0002) do material recebido apresentou maior intensidade que o magnésio puro, fato que demonstra a existência de uma intensa textura basal na superfície da chapa do material recebido. As ligas de magnésio AZ31B com forte textura se caracterizam por terem os planos basais orientados preferencialmente na direção paralela à superfície da chapa. Provavelmente esta textura foi introduzida durante o processo de produção da chapa (*Twin Roll Casting*).

No difratograma do material recebido também se pode notar a presença de novos picos de difração, posicionados próximos a 40° e 45° do ângulo (2θ). Estes novos picos correspondem provavelmente aos precipitados e aos óxidos, ricos em alumínio, manganês e zinco. Uma identificação rigorosa deles facilitaria o melhor entendimento dos mecanismos de deformação, pois se sabe que a presença de precipitados nas ligas de magnésio afeta consideravelmente os mecanismos de deformação, embora na produção delas, a adição dos elementos de liga, como o alumínio, seja realizada com o objetivo de melhorar a deformabilidade ou conformabilidade da liga.

Em geral, a formação dos precipitados altera os valores dos parâmetros de rede da estrutura cristalina da liga. Quando o alumínio está em solução sólida no magnésio, os átomos de alumínio substituem átomos da rede cristalina, reduzindo a relação dos parâmetros de rede (c/a). Nas regiões saturadas, o alumínio forma majoritariamente o precipitado de $Mg_{17}Al_{12}$ junto a outros de baixa solubilidade (Al_8Mn_5 , $Al_{11}Mn_4$ e $SiMg$) (BRENNAN, 2012).

Nos precipitados das ligas de magnésio, o alumínio pode aparecer combinado com o magnésio na forma de $Mg_{17}Al_{12}$, $AlMg$, e Mg_2Al_3 ou combinado com o manganês na forma de $MnAl$, $MnAl_4$, $MnAl_6$, Al_8Mn_5 e $Al_{11}Mn_4$. Entretanto, o zinco, pode aparecer como $MgZn_2$, Mg_2Zn_3 e Mg_2Zn_{11} ou estar em solução sólida (LASER, 2006). Nos estudos de Wan (2009) foi constatada a presença de precipitados a base de Al e Mn que propiciaram consideráveis endurecimentos da liga magnésio AZ31B, as micrografias são mostradas na figura 4.7.

Figura 4.7 Precipitados das ligas de magnésio AZ31B encontrados nas pesquisas de Laser (2006) e Wan (2009).

Em algumas pesquisas, a presença dos precipitados $Mg_{17}Al_{12}$ foi confirmada mediante a análise de fases realizada por difração de raios X (Figura 4.8).

Figura 4.8 Difractogramas de duas ligas de magnésio AZ31B produzidas por fundição (*As-cast alloys*), destacando as fases de Mg e $Mg_{17}Al_{12}$ encontrados nos trabalhos de a) Jain, 2007 e b) Chunxiang, 2008.

No entanto, no presente trabalho, o difratograma de raios X do material recebido (Figura. 4.9) apresentou pouca coincidência com os picos de difração dos precipitados $Al_{12}Mg_{17}$ (ICSD 1-1128), indicando com isso que a fração deste precipitado é muito pequena. A ausência destes precipitados pode ter acontecido provavelmente devido ao método de produção da liga estudada no presente trabalho (processo *twin roll caster*), a qual é diferente dos utilizados nos trabalhos publicados.

Figura 4.9 Difratoograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado Al₁₂Mg₁₇ (ICSD 1-1128)

No trabalho experimental de Xiao (2010), além de ser encontrada a fase Mg₁₇Mn₁₂ também foi detectada a fase Al₈Mn₅ na liga AZ31B (Figura. 4.10).

Figura 4.10 Difratoogramas de raios X de duas ligas de magnésio AZ31B laminadas a quente, apresentando os picos das fases Al₈Mn₅ e Mg₁₇Al₁₂ (XIAO, 2010).

Entretanto, no difratograma do material recebido, a presença do precipitado Al_8Mn_5 foi detectada em concentrações quase desprezíveis como pode ser constatado na figura 4.11, o qual apresenta o difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado Al_8Mn_5 (ICSD 49-1279). Da comparação de ambos os difratogramas, nota-se que as intensidades correspondentes ao Al_8Mn_5 são relativamente baixas, o que sugere que o material recebido apresenta baixa fração volumétrica deste precipitado.

Figura 4.11 Difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado Al_8Mn_5 (ICSD 49-1279).

No difratograma do material recebido, os picos que não coincidiram com os apresentados no difratograma do magnésio puro foram atribuídos à presença de precipitados de fases intermetálicas. No entanto, a comparação com os difratogramas padrões dos precipitados indicados na literatura, evidenciou baixa fração volumétrica dos mesmos. Nesse sentido, com o objetivo de complementar a identificação das fases cristalinas do material recebido, foi realizada a procura de outros compostos que apresentassem melhor coincidência com os picos do material recebido na base de dados ICSD.

Os picos do composto $\text{Mg}_{0,97}\text{Zn}_{0,03}$ (Figura 4.12) apresentaram coincidência com a posição dos picos do difratograma do material recebido, demonstrando com isso que na liga há uma notável fração volumétrica deste composto com a mesma estrutura cristalina que o material recebido.

Figura 4.12 Difratograma de raios X do material recebido superposto ao difratograma do precipitado $\text{Mg}_{0,97}\text{Zn}_{0,03}$ (ICSD 65-4596).

Da comparação dos difratogramas do material recebido com os padrões apresentados na base ICSD também foram detectadas baixas frações volumétricas do precipitado ($\text{Mg}_{3,16}\text{Zn}_{1,84}$ -ICSD-65-6848).

No difratograma do composto $\text{Mg}_{3,16}\text{Zn}_{1,84}$ mostrados na figura 4.13, se evidenciou a coincidência de vários picos, no entanto apresentaram ligeiras deslocamentos e diferentes intensidades, o que significa que o composto está presente em baixas frações volumétricas. Além disso, também se sabe que os ligeiros deslocamentos dos picos de difração, assim como suas diferenças entre as intensidades podem ser produto das tensões residuais acumuladas na liga, ou distorções causadas pelos elementos de liga presentes em solução sólida.

Figura 4.13 Difratoograma de raios X do material recebido superposto ao difratoograma do precipitado $\text{Mg}_{3,16}\text{Zn}_{1,84}$ (ICSD-65-6848).

As alterações ou as variações dos difratogramas são refletidas nos valores dos parâmetros de rede das células cristalinas da fase matriz na liga AZ31B. Nesse caso, cada elemento de liga presente em solução sólida na matriz de magnésio pode alterar os valores dos parâmetros de rede devido à diferença existente na estrutura eletrônica, no tamanho atômico e no número de valência. No caso dos elementos de liga na liga de magnésio AZ31B, o alumínio e o zinco apresentam menor tamanho atômico comparado com o magnésio, produzindo a contração da rede cristalina do magnésio. Contudo, o efeito de contração de cada elemento é diferenciado devido à variação do número de valência (PARK, 2007). O zinco pode contrair ligeiramente a estrutura cristalina do magnésio sem alterar a relação dos parâmetros rede (c/a). Isso acontece porque a contração de ambos os parâmetros é na mesma proporção e porque seu número de valência (+2) é igual ao do magnésio. Entretanto, o alumínio, que apresenta um maior número de valência (+3), encolhe ambos os parâmetros de rede em proporções diferentes. O parâmetro (a) reduz em maior proporção que o parâmetro (c), gerando com isso, maiores valores da relação

de c/a (PARK, 2007). Contudo, a partir do difratograma de raios X do material recebido (Figura 4.5) foram determinados os valores dos parâmetros de rede da liga. Para efeitos de comparação, calcularam-se os valores por dois métodos. O primeiro foi por iteração, utilizando a lei de Bragg e as equações que relacionam os parâmetros de rede com o espaçamento interplanar (distâncias) e com os planos (h k l) da estrutura hexagonal compacta (hcp). O segundo método foi feito com ajuda do programa GSAS, o qual utiliza o método de Rietveld nos ajustes e refinamento dos picos de difração.

Os valores dos parâmetros de rede obtidos pelo programa GSAS para o material recebido foram os seguintes:

$$a = 0,31984 \text{ nm} ; \quad c = 0,51958 \text{ nm} \quad ; \quad c/a = 1,62447$$

O valor da relação de c/a concorda razoavelmente com os resultados publicados na literatura, ficando ligeiramente inferiores aos valores do magnésio puro ($a = 0,32094 \text{ nm}$, $c = 0,52103 \text{ nm}$ e $c/a = 1,62345$), como era de se esperar, devido ao efeito dos elementos de liga.

Os valores obtidos por iteração foram similares só até a terceira casa decimal ($a = 0,31995 \text{ nm}$, $c = 0,51980$ e $c/a = 1,624617$), então se optou por determinar os parâmetros de rede pelo programa GSAS devido a sua maior confiabilidade e precisão nos ajustes e refinamento dos picos de difração.

4.3 Tratamentos térmicos de recozimento do material recebido

Como o tratamento térmico é um dos meios efetivos para mudar a microestrutura interna das ligas e aproximá-la aos requerimentos especiais das propriedades mecânicas, no material recebido foi realizado tratamentos de recozimento isócronos a diferentes temperaturas com o objetivo de acompanhar a evolução microestrutural. Os tratamentos de recozimentos realizados são mostrados de forma esquemática na figura 4.14. Cada tratamento térmico teve uma duração de 4h e foram feitos sem atmosfera protetora.

As amostras do material recebido submetidas aos tratamentos de recozimento nas temperaturas de 100 a 400 °C resistiram à oxidação nesse intervalo de temperatura, aplicando 4h de tempo de exposição, entretanto, a amostra recozida na temperatura de 500 °C não resistiu e oxidou quase totalmente, restando simplesmente pequenas partículas de pó poroso recoberto de óxido preto.

Figura 4.14 Esquema dos tratamentos térmicos de recozimento do material recebido.

Embora no diagrama de fases do sistema magnésio-alumínio, apresentado na figura 4.15, a temperatura de início de fusão da liga (*liquidus*) esteja situada próxima de 600 °C começam a acontecer intensas oxidações em temperaturas já acima de 430 °C. Uma possível causa é a presença de uma variedade de precipitados com baixos pontos de fusão e suscetíveis de rápida oxidação.

Figura 4.15 Diagrama de fases binário do sistema magnésio - alumínio (FRIEDRICH E MORDIKE - Magnesium Technology, 2006)

Os precipitados à base de alumínio apresentam pontos de fusão em torno de 400 °C, os precipitados à base de zinco têm temperaturas de fusão próximas de 420 °C e os pontos de fusão dos precipitados a base de manganês e alumínio ficam em temperaturas menores que 300 °C (HUANG, 2011).

Segundo Bernd Böttger (2005), as ligas de magnésio AZ31B que apresentam concentrações em peso de manganês entre 0,32 e 0,38% apresentam volumes consideráveis de precipitados de Al_8Mn_5 . Enquanto, as pesquisas desenvolvidas por Mrvar (2006), mostraram que os precipitados da fase Al_4Mn geralmente aparecem junto com os precipitados de $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ e a fração volumétrica deles muda para temperaturas acima de 280 °C (Figura 4.16).

Figura 4.16 Diagrama de fases do sistema Mg-Al com 0,3056% de manganês (MRVAR, 2006).

Além disso, alguns pesquisadores indicam que baixas concentrações de manganês, nas ligas de magnésio AZ31B, geram a formação dos compostos intermetálicos: Al_8Mn_5 e $\text{Al}_{11}\text{Mn}_4$ (BRASZCZYŃSKA-MALIK K.N., 2005; OHNO et al., 2006).

Análise microestrutural

As micrografias apresentadas na figura 4.17 correspondem às amostras do material recebido após serem submetidas a diferentes tratamentos de recozimento. Na micrografia da amostra recozida a 100 °C se observou uma ligeira mudança na

distribuição dos tamanhos dos grãos, comparado com os grãos do material recebido. Esse fato sugere que nessa temperatura aconteceu o fenômeno de restauração da estrutura com baixas taxas de transformação. As alterações da microestrutura estão relacionadas com a diminuição da densidade de defeitos, rearranjo de discordâncias devido à formação de contornos de baixo ângulo e à diminuição da energia retida na amostra, levando com isso a uma restauração parcial da microestrutura.

Entretanto, na temperatura de recozimento de 200 °C (Figura 4.17b), o crescimento de alguns grãos foi ligeiramente mais pronunciado, evidenciando-se com isso que os processos de recuperação e crescimento de grão interagiram simultaneamente nessa temperatura de recozimento.

Figura 4.17 Micrografias óticas das amostras do material recebido recozidas por 4h em: a) 100 °C, b) 200 °C, c) 300 °C e d) 400 °C.

Enquanto, na temperatura de recozimento de 300 °C observou-se uma intensa concorrência dos fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento exagerado de grão, que ocorreram simultaneamente. Este fato é revelado claramente na micrografia da figura 4.17c, onde aparecem grãos de tamanho maior

contornados por outros de tamanhos menores, constatando-se com isso que a recristalização secundária já ocorreu a 300 °C e causou uma distribuição bimodal dos tamanhos dos grãos. Em média os grãos de menor tamanho apresentaram um diâmetro de 13µm e os de maior porte superam 50 µm.

No caso da temperatura de recozimento de 400 °C, grande parte dos grãos atingiram tamanhos superiores a 30µm porque nessa temperatura o crescimento dos grãos é favorecido acentuadamente (Figura 4.17d).

De maneira resumida, pode-se afirmar que o material recebido submetido à baixas temperaturas de recozimento de 100 °C e 200 °C desenvolve os fenômenos de recuperação e crescimento dos grãos de forma quase homogênea, porém nas temperaturas mais elevadas de 300 e 400 °C o crescimento dos grãos acontece de forma heterogênea.

Dureza Vickers

Os valores de dureza Vickers também foram determinados em cada amostra do material recebido submetido a tratamentos térmicos de recozimento. Na figura 5.18 é apresentada a variação da dureza das amostras do material recebido após serem submetidas a tratamentos de recozimento.

Figura 4.18 Variação da dureza do material recebido após ser submetido a recozimentos isócronos de 4h em temperaturas crescentes.

Após cada tratamento de recozimento, as amostras apresentaram ligeiros aumentos com valores de dureza até conseguir quase estabilizar em temperaturas acima de 300 °C. Após os tratamentos de recozimento, os valores de dureza Vickers oscilaram entre 53 HV e 51HV (Figura 4.18), esta variação provavelmente foi causada pela difusão dos elementos de liga e dos componentes dos precipitados. Sabe-se que na medida em que se aumenta a temperatura de recozimento, se intensifica a velocidade de difusão dos elementos de liga e a formação de fases intermetálicas na matriz da liga de magnésio AZ31B (BRENNAN, 2012).

Figura 4.19 Micrografias obtidas com MEV das amostras do material recebido após serem recozidas por 4h em a) 100 °C, b) 200 °C, c) 300 °C e d) 400 °C.

Tabela 4.3 Constante de interdifusão (D) e energia de ativação (Q) dos precipitados de $Mg_{17}Al_{12}$ e $Mg_{17}Al_{12}$ (BRENNAN, 2012).

	$Mg_{17}Al_{12}$	$Mg_{17}Al_{12}$
D (m^2/s)	$4,6 \times 10^{-3}$	$1,5 \times 10^{-6}$
Q (KJ/mol)	147	95,6

Nos estudos de Brennan e colaboradores (2012), foi constatado que em temperaturas acima de 200 °C, os elementos constituintes dos precipitados de alumínio ($Mg_{17}Al_{12}$ e do Mg_2Al_3) se difundem com maior velocidade devido aos seus coeficientes de interdifusão, os quais são relativamente próximos ao do alumínio puro ($1,2 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$) (Tabela. 4.3).

No caso dos precipitados a base de zinco, o elemento zinco não se difunde com facilidade na matriz de magnésio, pois apresenta baixa difusividade no magnésio ($D=8.5 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2/\text{s}$).

4.3 Laminações

As experiências de deformação por laminação foram subdivididas em dois grupos que foram analisadas e discutidas por separado.

No primeiro grupo, as amostras foram laminadas no mesmo sentido de laminação que o do material recebido e em diferentes temperaturas. A redução de espessura foi de 30% para todas as amostras.

No segundo grupo de experimentos, as deformações por laminação foram realizadas a 90° da direção de laminação do material recebido, a direção transversal do material recebido ficou na direção de laminação nas amostras do segundo grupo. As condições que variaram foram a temperatura de laminação e a porcentagem de redução de espessura utilizadas.

No primeiro grupo, foi utilizado um laminador simples de laboratório e no segundo grupo foi utilizado um laminador instrumentado, conforme descrito no capítulo de materiais e métodos.

.3.1 Deformações em diferentes temperaturas de laminação com redução de espessura constante de 30%

Após analisar a evolução microestrutural e a estabilidade térmica da liga de magnésio AZ31B, optou-se por realizar reduções de espessura por laminação em quatro amostras do material recebido. Estas laminações correspondem ao primeiro grupo de amostras deformadas nas temperaturas de 25, 100, 200 e 250 °C.

Todas as reduções foram feitas em um só passe, atingindo reduções de 30% aproximadamente, o que gera um grau de deformação verdadeira de 0,36. No entanto, nem todas as amostras foram laminadas com sucesso, as amostras

deformadas na temperatura ambiente e em 100 °C não resistiram as reduções e formaram trincas, em especial, a amostra laminada a 28 °C, a qual ficou totalmente trincada, fraturando em pequenos pedaços (Figura 4.20).

Para a mesma redução de 30%, as laminações feitas em temperaturas de 200 e 250 °C foram bem sucedidas, sem a formação de trincas. Na amostra laminada a 200 °C (Figura 4.20) nota-se claramente a formação de bandas de cisalhamento, ocorrência que diminuiu na amostra laminada a 250 °C. Também cabe destacar que esta amostra ficou ligeiramente ondulada, pois durante a laminação o atrito gerou suficiente calor para amolecer a peça e deixá-la aderida a um dos cilindros de laminação. O calor gerado foi produzido pela interação dos mecanismos de deformação e pela fricção da amostra com os cilindros.

Figura 4.20 Fotos das amostras laminadas em diferentes temperaturas.

Na temperatura de laminação de 100 °C conseguiu-se reduzir 30% da espessura, porém a amostra apresentou trincas nas laterais (Figura 4.21), evidenciando com isso que a ductilidade da liga, nessa temperatura, não foi favorecida o suficiente para resistir às altas tensões de deformação geradas preferencialmente nas laterais da peça.

Figura 4.21 Trincas formadas nas laterais da amostra laminada a 100 °C.

Nos trabalhos experimentais de Dai e colaboradores (2012) aconteceu uma situação parecida, e eles concluíram que as trincas laterais foram geradas devido à presença de grãos de maior tamanho nas laterais da peça.

Os grãos grosseiros geralmente não são resistentes às altas tensões, como os grãos finos de menor tamanho. Outra explicação fornecida nos trabalhos de Zhang e co-autores (2011) sugere que as trincas se formam a partir das microcavidades (porosidades) existentes ou formadas nos precipitados durante a deformação. O crescimento dessas microcavidades seria impulsionado pelas altas tensões de cisalhamento e deformação acumuladas nas laterais da peça laminada (ZHANG et al., 2011).

Nas pesquisas de Marya (2006) também foi constatada uma intensa presença de precipitados nas regiões onde se formaram as trincas (Figura 4.22)

Figura 4.22 Micrografia obtida no MEV em uma superfície fraturada da liga de magnésio AZ31B (MARYA, 2006)

Análise microestrutural

Na figura 4.23 são apresentadas as micrografias obtidas com microscopia ótica (MO) e as obtidas com microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras laminadas nas seguintes temperaturas: a) 28 °C; b) 100 °C; c) 200 °C; d) 250 °C. Nestas micrografias, notam-se claramente as trincas geradas na laminação a frio, assim como a acentuada formação de maclas acompanhadas de bandas de cisalhamento e de deformação.

Figura 4.23 Micrografias óticas (lado esquerdo) e obtidas com o MEV (lado direito) das amostras da liga AZ31B laminadas em diferentes temperaturas. a) 28 °C; b) 100 °C; c) 200 °C; d) 250 °C.

A intensa formação das maclas nas laminações denota que ganharam preferência e domínio no mecanismo de deformação das laminações a frio e a quente, e provavelmente conseguiram transformar as orientações dos cristais já que as maclas reorientam os volumes maclados dos grãos de forma descontínua.

A nova orientação do volume maclado é diferente da orientação inicial, gerando-se com isso volumes descontínuos com orientações diferentes (WANG, 2003). Em alguns casos, as maclas de extensão podem crescer e, eventualmente consumir o grão inteiro original. Isso acontece quando mais de um par de maclas são gerados no mesmo grão, seus contornos podem se fundir para formar um novo grão (CHINO, 2008).

Segundo os trabalhos de Myshlyaev (2002), a intensa formação de maclas também facilita a geração de trincas, como seus contornos se comportam como fortes barreiras que impedem o movimento das discordâncias, gerando com isso, regiões com altas tensões localizadas capazes de desenvolver facilmente a formação de microtrincas. Nesse sentido, a formação de maclas mecânica tem uma grande influência na resistência à fratura e na ductilidade das ligas de magnésio. As maclas podem efetivamente reforçar ou enfraquecer a liga. Tudo dependerá da interação dos mecanismos de deslizamento de planos com os defeitos cristalinos existentes na estrutura e dos tipos de maclas formados na liga.

Sendo que as maclas geralmente são classificadas em três tipos: As maclas de extensão são as que acomodam o alongamento no eixo C da estrutura cristalina pela formação de maclas nos planos $\{10\bar{1}2\}$, aumentando a tensão de escoamento (*flow stress*), assim como a dureza, devido às barreiras geradas pelos contornos das maclas para o deslizamento das discordâncias. Já as maclas de contração são formadas no caso oposto, quando a contração é ao longo do eixo c é acomodada pela formação de maclas nos planos $\{10\bar{1}1\}$. Nesta situação, os planos basais são reorientados 56° em torno da direção $[1\bar{2}10]$. Tal mudança facilita o deslizamento dos planos basais e desta maneira se gera o amolecimento da liga. Enquanto que as maclas secundárias aceleram a formação de trincas pela formação de maclas nos planos $\{10\bar{1}2\}$ e reorientam em 38° os planos basais na direção $[1\bar{2}10]$ (MU, 2012). Entretanto, as trincas podem ser iniciadas nos precipitados, assim como aconteceu na amostra deformada na temperatura ambiente (Figura 4.24).

Figura 4.24 Micrografias obtidas com o MEV da amostra laminada a 28 °C.

Na micrografia mostrada na figura 4.24, se pode evidenciar claramente que os precipitados ficaram totalmente fraturados durante a laminação a frio. Este fato corrobora as explicações fornecidas pelos pesquisadores Zhang e Dai para o início da formação de trincas. As trincas iniciam-se facilmente nos precipitados de maior tamanho porque a maior parte deles se caracteriza por serem: duros e quebradiços, especialmente aqueles que apresentam maior concentração de alumínio. A estrutura cúbica de corpo centrado destes precipitados faz com que sejam incoerentes com a estrutura hexagonal do magnésio puro e geram maior fragilidade na interface entre os precipitados e a matriz de magnésio (ZHANG, et al., 2009 e BRENNAN, 2012).

Contudo se pode concluir que as regiões onde as ligas de magnésio apresentam maior concentração de poros ou grandes grupos de precipitados ($Mg_{17}Al_{12}$, Al_6Mn , Al_4Mn e $AlMn$) facilitam a formação de trincas, quando a liga é submetida a altos graus de deformação.

Comparando as microestruturas das amostras laminadas a frio e quente, se pode notar que as laminações a quente geraram microestruturas que são ligeiramente diferentes em termos de heterogeneidades microestruturais. A recrystalização dinâmica influenciou na microestrutura das amostras deformadas em temperaturas acima de 200 °C, levando a certa homogeneidade da microestrutura com relação ao tamanho dos grãos, devido às mudanças nos modos de deformação. Entretanto, o aumento da temperatura de laminação não diminuiu a intensidade da formação de maclas. Fato que demonstra que elas ainda desempenharam um papel importante na deformação em conjunto com o

escorregamento de planos basais e a recristalização dinâmica. Este domínio pode ter acontecido devido às baixas tensões de cisalhamento (10 a 35 MPa) que as maclas precisam para sua formação e provavelmente os planos não basais estiveram orientados desfavoravelmente em relação à direção de solicitação, gerando com isso restrições para o escorregamento de planos não basais (LOU, 2007).

Dureza Vickers

Na tabela 4.4 são mostrados os valores de dureza Vickers, a porcentagem de endurecimento por deformação e o diâmetro médio dos grãos da liga AZ31B após a redução de espessura de 30% por laminação em diferentes temperaturas.

A porcentagem de encruamento foi calculada a partir da expressão que relaciona as medidas de dureza Vickers do material recebido e das amostras laminadas.

$$\frac{HV_l - HV_o}{HV_l} = \text{Porcentagem de endurecimento por deformação} \quad (7)$$

HV_o: Dureza Vickers do material recebido

HV_l: Dureza Vickers da amostra laminada

Tabela 4.4 Valores de dureza Vickers, porcentagem de endurecimento por deformação e diâmetro médio dos grãos da liga AZ31B após laminação em diferentes temperaturas.

Temperatura de laminação	Dureza Vickers	Desvio padrão	Porcentagem encruamento	Diâmetro medio	Desvio padrão
°C	kgf/mm ²	kgf/mm ²	%	µm	µm
28	74,2	2,6	49,4	12,8	2,4
100	81,6	2,0	64,3	14,6	2,8
200	84,9	3,0	70,8	17,7	4,7
250	82,6	2,2	66,3	16,3	2,6

A dureza Vickers das amostras laminadas a 28, 100 e 200 °C aumentou com a temperatura embora a porcentagem de redução de espessura seja a mesma para cada laminação. Este aumento gradual da dureza foi atribuído ao acúmulo de

defeitos cristalinos, especialmente, discordâncias empilhadas em arranjos planares de elevada energia e à formação intensa de maclas, cujos contornos atuaram como barreiras para a propagação do escorregamento de planos, contribuindo com isso ao endurecimento por deformação da liga. Entretanto, acima de 200 °C a geração de finos precipitados contribuiu em certa forma o endurecimento da liga.

De acordo com os trabalhos de Barnett (2012), o aumento da dureza pode ter contribuído para formação de núcleos de recristalização dinâmica. Entretanto, segundo Brennan (2012), o aumento da dureza é atribuído à interação dos mecanismos de deformação com a nucleação de finos precipitados ativados pela temperatura e pela energia acumulada nas bandas de cisalhamento e nos contornos das maclas.

Na figura 4.25 são apresentadas graficamente as variações da dureza Vickers e do diâmetro médio dos grãos em função da temperatura de laminação. Observando as curvas, nota-se que o diâmetro médio dos grãos varia com a dureza Vicker na medida em que aumenta a temperatura de laminação, embora os erros das medidas do diâmetro médio aumentaram também com a temperatura, sugerindo com isso que uma distribuição heterogênea do tamanho dos grãos e um aporte pouco significativo no endurecimento da liga.

Figura 4.25 Variações a) da dureza e b) do diâmetro médio dos grãos do material laminado em diferentes temperaturas com reduções de espessura constante de 30%.

As laminações a frio (28 °C e 100 °C) geraram distribuições de tamanho de grãos relativamente homogêneas, mas as laminações feitas a 200 °C e 250 °C geraram microestruturas com grãos de tamanhos grosseiros (>22 μm)

acompanhados de grãos de menor tamanho, por volta de $5\mu\text{m}$. Isto sugere que junto à deformação plástica aconteceu a recristalização dinâmica e o crescimento de alguns grãos.

Nas temperaturas de laminação de 200 e 250 °C, o diâmetro médio dos grãos diminuiu em proporção a dureza, como resultado da interação dos mecanismos de deformação que favorecem o aumento da dureza, e os fenômenos de restauração estrutural (recristalização e crescimento de grão) que contribuem para o amolecimento. Essa interação de fenômenos gerou uma distribuição heterogênea do tamanho dos grãos, provavelmente acentuada pela presença e pela formação de precipitados durante a laminação.

As micrografias (Figura 4.26) que mostram as deformações realizadas a 200 e 250 °C destacam as distribuições dos precipitados após a laminação a quente. Pode ser que durante o aquecimento das amostras, alguns elementos dos precipitados foram dissolvidos na matriz de magnésio, gerando novos precipitados durante o esfriamento, o que afetou no endurecimento por da liga.

Figura 4.26 Micrografias obtidas pelo MEV das amostras laminadas em a) 200 °C e b) 250 °C.

Segundo os estudos de Wan e colaboradores (2009), em temperaturas acima de 200 °C, os precipitados dos contornos dos grãos se difundem na matriz para depois formar outros no interior dos grãos. Essas novas fases são formadas sem passar pela etapa de formação de fases metaestáveis ou de transição, nucleiam nas discordâncias empilhadas, gerando um forte obstáculo (*strong pinner*) na movimentação das mesmas e aumentam de tamanho com a temperatura e tempo de recozimento. A distribuição e tamanho dos precipitados, junto com a força de

tração aplicada na deformação também determinam a resistência da liga ao afinamento da espessura sem a geração de trincas.

Comparando os espectros de EDS dos precipitados das amostras laminadas a frio e a quente, observa-se que as concentrações do alumínio, manganês e magnésio aumentaram nos precipitados das deformações realizadas em altas temperaturas (Figuras 4. 27 e 4.28).

Figura 4.27 Análise de dispersão de energia (EDS) de um dos precipitados da amostra laminada em 100 °C.

Figura 4.28 Análise de dispersão de energia (EDS) de um dos precipitados da amostra laminada em 250 °C.

Nos trabalhos de Xie (2007), foi observado que as ligas de magnésio que contêm elevadas frações volumétricas de precipitados, com diâmetros entre 1μm e 5μm, podem gerar facilmente fraturas nas deformações a quente, enquanto, com os

precipitados com dimensões entre $0,1\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$ acontece o contrário, as ligas podem resistir maiores tensões de deformação.

Quando os precipitados são formados durante a deformação a quente, eles nucleiam preferencialmente nos planos basais e depois são deslocados pelo movimento dos escorregamentos dos planos basais. Com a energia térmica e a difusão atômica, os precipitados podem aumentar de tamanho e resultar menos coerentes nos contornos dos grãos. Nos trabalhos de Duly (1993) se constatou também que os deslizamentos das discordâncias e a maclação dificultam o crescimento dos precipitados.

É sabido que na recristalização dinâmica, os contornos das maclas e das bandas de cisalhamento são os locais preferenciais para a formação de novos grãos recristalizados, cujo crescimento fica limitado com a presença dos precipitados porque eles dificultam o crescimento dos novos grãos recristalizados. Nesse sentido, a combinação de ambos os processos pode gerar um ótimo refinamento dos grãos.

Anisotropia normal

Outra característica que vale a pena ressaltar é que durante as laminações, os grãos da liga ficaram alongados na direção da maior deformação. Sabe-se que este alongamento acontece em consequência do processo de escorregamento dos planos cristalinos do material durante a deformação. Os grãos sofrem rotação para alguma orientação devido a um confinamento mútuo entre grãos. Este mecanismo faz com que os planos atômicos e direções cristalinas dos materiais adquiram uma textura (orientação preferencial), tornando o material anisotrópico com variações das propriedades mecânicas com a direção (KOCKS, 1998).

Um modo de avaliar o grau de anisotropia das chapas laminadas é através do coeficiente de anisotropia, utilizando as dimensões longitudinais e transversais dos corpos de prova laminados. Além disso, este parâmetro indica a habilidade da chapa de resistir ao afinamento (redução de espessura), quando submetida às forças de tração e/ou compressão, no plano.

O cálculo dos valores para análise da variação da anisotropia normal (r) em função da temperatura de laminação das amostras reduzida em 30% de espessura é explicada em detalhe no anexo 1 (Item 4).

A variação da anisotropia normal com a temperatura de laminação é apresentada graficamente na figura 4.29.

Figura 4.29 A variação da anisotropia normal com a temperatura de laminação das amostras com reduções de espessura de 30%.

Na figura 4.29 se evidencia que a liga de magnésio AZ31B mostrou uma queda significativa da anisotropia normal com o aumento da temperatura de laminação. Isto provavelmente foi resultado do aumento da ativação dos deslizamentos dos planos piramidais com a temperatura, como constatou o pesquisador Koike (2003) nos trabalhos dele e seus colaboradores.

A variação da anisotropia com a temperatura demonstra indiretamente as mudanças dos mecanismos de deformação. O alto valor da anisotropia na deformação a frio é atribuído ao limitado número de sistemas de escorregamento de planos, deixando às maclas e escorregamentos de planos basais [0002] predominarem no mecanismo de deformação das ligas de magnésio AZ31B.

No entanto, a recuperação e os processos de recristalização dinâmica também diminuem os valores da anisotropia normal (r) em metais HCP em altas temperaturas, melhorando com isso a ductilidade da liga. Nos trabalhos de Barnett e colaboradores (2009) também se constatou experimentalmente que a anisotropia de uma chapa de liga de magnésio AZ31B diminui rapidamente com o aumento da temperatura de laminação. Em vários trabalhos anteriores, se indicou que a queda da anisotropia pode ser devido ao aumento da atividade dos deslocamentos prismático e piramidais $\langle c+a \rangle$ (AGNEW, 2005). Enquanto, Barnett (2009) sugeriu

que o fenômeno resulta do efeito do deslizamento dos contornos de grão, corroborando o forte efeito do tamanho de grão na anisotropia.

Na figura 4.30 mostra-se a variação da anisotropia em função da temperatura de deformação para diferentes ligas de magnésio que contêm grãos finos e grosseiros.

Figura 4.30 Efeitos da temperatura de laminação e do tamanho de grão na anisotropia (r) de amostras deformadas (BARNETT, 2009 E AGNEW, 2005).

O aumento da temperatura de laminação gerou uma queda dramática do valor da anisotropia nas ligas de magnésio laminadas e com tamanhos de grão finos. Entretanto, nas ligas com tamanho de grão grosseiro, o valor da anisotropia (r) não caiu na mesma medida com a temperatura. A variação do comportamento da anisotropia foi atribuída por Barnett ao efeito do deslizamento dos contornos de grão.

Os estudos de Stanford (2011) contradizem aos estudos de Barnett e indicam que é pouco provável que aconteça o deslizamento dos contornos de grão, em especial em temperaturas menores que 200 °C. A queda da anisotropia é atribuída apenas ao aumento da atividade dos deslizamentos dos planos piramidais com a temperatura, pois o mecanismo de deslizamento dos contornos de grão (GBS) requer mecanismos de acomodação e sem eles a microestrutura desenvolveria rapidamente cavidades ou vazios (*voids*) na medida em que os escorregamentos dos planos fossem ativados, levando a uma fratura prematura.

Existem dois mecanismos de acomodação para GBS: a difusão e os deslizamentos de planos. O GBS acomodado por difusão é normalmente observado em altas temperaturas de deformação. Neste modelo, a cavidade criada pelo movimento dos contornos dos grãos é preenchida pela difusão de átomos. Este mecanismo permite variar a forma dos grãos durante a deformação.

O outro mecanismo de acomodação no GBS é a acomodação por deslizamentos. Neste mecanismo, a deformação se desenvolve por deslizamentos e empilhamento de discordâncias acomodadas por escalada (*dislocation climb*) ao longo dos contornos dos grãos. Isto produz deslizamentos com desvio (*dislocation cross slip*) dos contornos dos grãos, e sua ativação é limitada pela taxa de escalada das discordâncias. Dos dois mecanismos de acomodação, o último é mais provável de acontecer na faixa de temperatura de 25 a 250 °C, aplicando taxas de deformação próximas a 10^{-3}s^{-1} .

Condutividade elétrica

A variação das medidas de condutividade elétrica no material recebido e nas amostras deformadas foi utilizada como uma técnica adicional de caracterização microestrutural.

A medição da condutividade elétrica do material recebido apresentou um valor de 17,4 % IACS, resultado que ficou próximo ao fornecido no *ASM - Metals Handbook* (18,5 % IACS). Na tabela 4.5 se mostra os valores da variação de condutividade elétrica das amostras da liga de magnésio AZ31B após serem laminadas em diferentes temperaturas.

Tabela 4.5 Variação da condutividade elétrica da liga AZ31B após realizar reduções de 30% em diferentes temperaturas de laminação.

Temperatura de deformação °C	Valor medio da condutividade % IACS	Desvio padrão % IACS
28	—	—
100	17,4	0,2
200	17,6	0,1
250	17,5	0,1

Como a amostra laminada a temperatura ambiente fratura totalmente em pequenos pedaços, não foi possível determinar o valor da condutividade nessa amostra, devido à falta de amostra com tamanho suficiente para realizar a leitura.

Na amostra deformada em 100 °C não se observou mudanças no valor da condutividade elétrica, entretanto, em temperaturas superiores a 200 °C aconteceram ligeiras variações que poder ser resultado da alteração da distribuição dos precipitados. Entretanto, como a variação é pequena se pode assumir que foi parte do erro sistemático das medições.

.3.2 Deformações em diferentes temperaturas de laminação e reduções variáveis.

O segundo grupo das laminações foi realizado com uma velocidade de rotação dos cilindros de laminação de 10 rpm, o que gerou uma velocidade de laminação periférica de 0,0565 m/s, este valor é 33% menor que a velocidade de laminação do primeiro grupo.

Os dados de porcentagem de redução, tensão de deformação e as observações referentes à presença de trincas estão na tabela 4.6.

Com os dados do valor da carga aplicada em cada laminação se construiu as curvas de tensão-deformação para todas as temperaturas de deformação, conforme se mostra na figura 4.31.

A diminuição da velocidade de laminação favoreceu as laminações feitas em altas temperaturas (300 °C), foi possível atingir reduções de quase 40%, porém com as laminações a frio (25 °C) só se atingiu reduções máximas de 8%, sem formar trincas nas peças.

As reduções de 13 e 20% em um só passe geraram múltiplas trincas nas laterais das amostras laminadas a frio, no entanto, recorrendo às reduções acumuladas de vários passes, se conseguiu atingir reduções de 15% (amostras A16) por meio de três passes, com 5% de redução em cada um. Esta redução foi selecionada tratando de deformar a amostra o mais próximo possível do estado homogêneo.

A partir da variação das curvas tensão-deformação feitas para as diferentes temperaturas de laminação (Figura 4.31), se constata a diminuição das tensões de deformação com o aumento da temperatura de laminação.

Tabela 4.6 Dados das reduções obtidas nas laminações do segundo grupo, temperaturas de laminação, tensão aplicada e observações sobre a formação de trincas.

		Velocidade de laminação =		10	rpm
		Espessura inicial =		2,08	mm
Amostra	Redução de espessura %	Temperatura de laminação °C	Tensão aplicada lbf	Obsevações	
A15	5	25	972	—	
A1	8	25	1388	—	
A2	13	25	1608	Trincou ao final da laminação	
A3	20	25	-	Trincou todo	
A4	21	300	1753	—	
A5	31	300	2224	—	
A6	39	300	3285	Trincas nos extremos	
A7	13	250	1405	—	
A8	22	250	2227	Trinca nas laterais	
A9	17	250	1600	—	
A10	11	200	1339	—	
A11	15	200	1544	—	
A12	8	100	1334	—	
A13	10	100	1812	—	
A14	15	100	2228	Trinca nas laterais	
A16	14	25	1364	Sem trincas e com três passes (5% de redução)	

Nota: Onde não aparece nenhuma descrição, a laminação foi realizada com sucesso sem formação de trincas.

Figura 4.31 Curvas de tensão em função do grau de deformação, determinadas para as laminações do segundo grupo.

Com os pontos máximos atingidos nas curvas tensão-deformação, se pode inferir que o grau de deformação limite da liga de magnésio AZ31B nas laminações a frio corresponde a um valor bem próximo de 0,1 e nas temperaturas de laminação de 200 °C e 250 °C os valores aumentaram ligeiramente para 0,13, entretanto, na temperatura de 300 °C aumentou consideravelmente para 0,3, embora, na prática se conseguiu laminar até 0,4 com a presença de trincas microscópicas no final da laminação.

Análise microestrutural

As micrografias óticas das amostras do segundo grupo de laminações foram agrupadas em função das temperaturas de laminação para apreciar melhor suas variações em função do grau de deformação aplicado em cada amostra. Na figura 4.32 mostra as micrografias das amostras laminadas à temperatura ambiente.

Figura 4.32 Micrografias óticas das amostras do segundo grupo laminadas em 25 °C, com reduções de espessura de: a) 5%, b) 8%, c) 13% e d) 20%.

Nas micrografias da figura 4.32, nota-se que as laminações a frio com baixas velocidades de laminação (0,0565 m/s) favoreceram o refino do tamanho dos grãos, alcançando distribuições quase homogêneas, especialmente, na amostra A2, cuja micrografia é mostrada na figura 4.32 b. A taxa de deformação aplicada foi $1,6 \text{ s}^{-1}$ e a redução de espessura atingida foi 8%, lembrando a velocidade de laminação aplicada nesta amostra foi menor que das amostras laminadas no primeiro grupo.

Outra característica interessante que se destaca na amostra A2 (com redução de espessura de 8%) é a diminuição da intensidade de formação de maclas. Com este fato se confirma a quase inibição da formação de maclas com o refino dos grãos, assim como foi constatado nos trabalhos experimentais de Agnew (2001) onde explica que os grãos finos requerem de altas tensões de cisalhamento para a formação das maclas.

No entanto, no presente trabalho, quando se continuou aumentando a porcentagem de redução, voltaram a surgir novamente as maclas de deformação e as amostras ficaram frágeis, com maior dureza e com regiões parcialmente trincadas. Se bem que a diminuição da velocidade de laminação combinada com baixos graus de deformação, se conseguiu refinar os tamanhos dos grãos, a liga de magnésio AZ31B ainda apresentou limitada deformabilidade nas laminações a frio. Isso como resultado da baixa simetria da estrutura cristalina das ligas de magnésio, da baixa energia de empilhamento e do número insuficiente de sistemas de deslizamento ativados em baixas temperaturas de deformação (KLEINER et al., 2004). A intensa formação de maclas afetou diretamente na microestrutura com a transformação da orientação dos volumes cristalinos maclados, chegando a alterar a textura cristalográfica inicial (LOU et. al., 2007). Além disso, os contornos das maclas podem atuar como fortes barreiras para a propagação dos deslocamentos de planos e para a formação das subsequentes maclas, promovendo com isso consideráveis endurecimentos e em alguns casos até a fratura da liga (YI et. al., 2006).

De acordo com os estudos de Martin e colaboradores (2010), a existência de mais de um par de maclas em um mesmo grão pode gerar o refinamento dos grãos, conquanto, os contornos das maclas possam se unir formando novos grãos de menor tamanho, mas isso vai depender de suas orientações e extensões. Nesse

sentido, conclui que as maclas podem efetivamente reforçar ou enfraquecer a liga, ativando a formação de trincas.

Na figura 4.33 são apresentadas as micrografias das amostras laminadas em 100 °C com reduções de espessura correspondentes a 5%, 10% e 15%.

Figura 4.33 Micrografias ópticas das amostras laminadas no segundo grupo em 100 °C com reduções de espessura de: a) 8%, b) 10% e c) 15%.

As micrografias das amostras laminadas em 100 °C não apresentaram notáveis diferenças com relação à intensidade de formação de maclas e distribuição dos tamanhos dos grãos, o que significa que o aumento de redução de espessura não afetou significativamente no mecanismo de deformação e provavelmente nessa temperatura não foi ainda ativado a restauração da microestrutura causada pela ocorrência dos processos estáticos e dinâmicos.

Enquanto, nas micrografias das amostras laminadas em 200, 250 e 300 °C, mostradas nas figuras 4.34 e 4.35 e 4.36, respectivamente, se percebeu a presença de pequenos grãos recristalizados livres de maclas acompanhado de grãos de grande porte que desenvolveram maior formação de maclas.

Nas amostras laminadas a quente, alguns grãos apresentaram maiores crescimentos, o que significa que durante o crescimento dos grãos, os grãos grandes cresceram a expensas de grãos pequenos. E se sabe que o tamanho de grão grande é prejudicial às propriedades mecânicas do material. Portanto, é importante o controle do tamanho de grão durante as laminações em altas temperaturas.

Figura 4.34 Micrografias ópticas das amostras laminadas no segundo grupo em 200 °C, com reduções de espessura de: a) 11% e b) 15%.

Figura 4.35 Micrografias ópticas das amostras grupo laminadas no segundo grupo em 250 °C, com reduções de espessura de: a) 13%, b) 17% e c) 22%.

Figura 4.36 Micrografias ópticas das amostras laminadas no segundo grupo em 300 °C com reduções de espessura de a) 21%, b) 31% e c) 39%.

As distribuições heterogêneas dos tamanhos dos grãos gerados nas laminações a quente apresentaram grãos pequenos que ficaram na faixa de 5 a 13 μm e os grãos de grande porte na faixa de 20 a 40 μm .

As trincas formadas nas laminações a quente provavelmente foram resultado da difusão incipiente dos precipitados localizados nos contornos dos grãos, o que formou microcavidades, ou pelos *dimples* gerados com os deslizamentos dos contornos dos grãos, os quais podem conduzir a descoesão dos grãos e ao crescimento das microcavidades (*voids*) nucleadas nos precipitados e nas junções triplas, gerando com isso, a propagação das trincas (ABEDI, 2011).

Nas amostras deformadas também se observou a presença de precipitados de diferentes tamanhos distribuídos nos contornos dos grãos e no interior dos grãos (Figura 4.37).

Figura 4.37 Micrografias obtidas pelo MEV das amostras laminadas a frio e quente no segundo grupo e com reduções de espessura de: a) 8% em 25 °C e b) 40% em 300 °C.

Os precipitados finos que se formaram nas laminações em altas temperaturas, aparentemente não resultaram serem obstáculos suficientes para retardar o crescimento dos grãos (Figura 4. 37b).

Nos trabalhos de Jain (2007) e Rosalie (2012) também foi constatado a formação de precipitados de fases intermetálicas que acarretou o endurecimento nas deformações desenvolvidas em temperaturas acima de 250 °C. Nos argumentos, deles, atribuem à dissolução dos elementos de liga ativada em temperaturas elevadas, então o aumento do endurecimento é gerado pela deformação e pelo endurecimento por solução sólida e por precipitação da liga. No entanto, explica que

o endurecimento por precipitação é influenciado pelo espaçamento existente entre precipitados, pelo tamanho, número e densidade dos precipitados. Além disso, se indicou que a morfologia, as características cristalográficas e proporção dos precipitados não esféricos também influenciam, mas em menor grau.

Segundo os estudos de Nie (2003), os precipitados com formato cilíndricos posicionados paralelamente ao eixo *c* da estrutura hexagonal dificultam os deslizamentos basais e prismáticos em maior força que os precipitados esféricos ou em forma de placas dispostos no plano basal. Isso porque maiores volumes do precipitado intersectam aos planos basais e como alguns precipitados são resistentes ao cisalhamento pelo movimento das discordâncias, em torno deles se formam os deslizamentos cruzados (*cross-slip*) e emaranhados de discordâncias, os quais contribuem o endurecimento da liga.

Dureza Vickers

Na figura 4.38 apresentam-se as curvas de variação de dureza e a variação do diâmetro médio dos grãos em função das porcentagens de redução das amostras laminadas em 25, 100, 200, 250 e 300 °C.

Figura 4.38 Variação da dureza Vickers (obtida com uma carga de 300g.) em função da porcentagem de redução das amostras do segundo grupo laminadas em 25, 100, 200, 250 e 300 °C.

O aumento gradual da dureza com a porcentagem de redução das amostras laminadas a frio (25 °C) se deve em grande parte ao acúmulo de defeitos cristalinos e ao refino dos grãos por deformação plástica ($< 10\mu\text{m}$) obtida com baixas taxas e velocidades de laminação. A deformação plástica associada a cada passe de redução de espessura deformou a rede hexagonal compacta, aumentando a densidade de defeitos cristalinos na microestrutura (maclas, discordâncias e defeitos puntiformes) que limita o movimento das discordâncias e aumenta a resistência mecânica das amostras laminada (KAINER, 2003).

Neste caso, se pode indicar que as amostras laminadas da liga de magnésio AZ31B endureceram principalmente pela deformação aplicada. Encruaram com baixas taxas de deformação, mas na medida em que se aumentou o grau de deformação, a dureza diminuiu ligeiramente, o que sugere que foi ativada a restauração da microestrutura que gerou o amolecimento das amostras.

A energia térmica produzida pelo calor gerado com o aumento do atrito entre os cilindros de laminação e a superfície da amostra, quando se aumentou a porcentagem de redução em espessura, ativou muito provavelmente os fenômenos de restauração. Sabe-se que a diminuição da dureza se dá porque durante o início da recuperação pode haver certa diminuição dos defeitos cristalinos, como discordâncias e lacunas nos grãos, especialmente, pela ordenação no arranjo "emaranhado" das discordâncias nos contornos de baixo ângulo (PADILHA, 2005).

Nas laminações feitas em 100 °C, as amostras encruaram com baixas porcentagens de redução, mas com o aumento da porcentagem de redução (superior a 8%), diminuiu ligeiramente o valor da dureza, permanecendo em valores próximos a 70 HV. Comportamento similar foi observado nas amostras laminadas na temperatura ambiente (25 °C), mas com valores inferiores de dureza. O calor gerado pelo atrito conseguiu ativar os fenômenos de recuperação da estrutura, deixando a amostra com menor valor de dureza.

No caso das laminações a quente, o valor da dureza aumentou com o grau de redução até atingir certa estabilidade quando a redução ficou próxima de seus limites de alongamento. Realizando aumentos da temperatura de laminação, que não superem os 200 °C se gera uma queda do valor da dureza, comportamento comum que era de se esperar, devido à ocorrência simultânea dos processos estáticos e dinâmicos de recuperação e recristalização. Em ambos os processos de restauração, os defeitos cristalinos dos grãos que tiveram sua densidade de defeitos

aumentada durante a deformação, foram diminuídos pela ordenação no arranjo "emaranhado" das discordâncias nos contornos de baixo ângulo e pela recristalização, o valor de dureza diminuiu com o aumento da temperatura (PADILHA, 2005). Entretanto, nos grãos de maior tamanho a densidade de defeitos permaneceu em níveis elevados e as maclas ainda permaneceram concentradas nelas, embora que os tamanhos dos grãos diminuíram como consequência da recristalização dinâmica, ativada em temperaturas superiores a 190 °C para esta liga.

Nas laminações realizadas em temperaturas de 250 e 300 °C, o valor da dureza aumentou com o grau de redução e com o aumento da temperatura de laminação. O aumento da dureza com a temperatura de laminação é resultado da combinação dos mecanismos de endurecimento por deformação plástica acompanhada por mecanismos de transformação de fases envolvendo difusão atômica, que ocorrem durante o aquecimento prévio da amostra e durante a laminação (BRENNAN, 2012).

A formação dos finos precipitados constatados nas micrografias das amostras laminadas a quente contribuiu no aumento dos valores da dureza da liga de magnésio AZ31B, além disso, os contornos das maclas atuaram como fortes barreiras no movimento das discordâncias, aumentando com isso, a densidade do emaranhado de discordâncias no interior das maclas, nas bandas de cisalhamento e na proximidade dos contornos dos grãos, e conseqüentemente, a taxa de endurecimento.

Os novos grãos recristalizados formados preferencialmente nos contornos das maclas, nas bandas de cisalhamento e nos contornos dos grãos também compensaram de alguma maneira o endurecimento gerado pela deformação (FRIEDRICH E MORDIKE, 2006).

Como o aumento da temperatura de laminação facilitou a dissolução dos elementos de liga, alguns precipitados de Al e Mn se dissolveram e seus elementos se difundiram na matriz de magnésio, facilitando com isso, a formação de precipitados (BRENNAN, 2012). Nesse sentido, se pode inferir que a liga endureceu por solução sólida, por precipitação e pelo acúmulo de defeitos cristalinos na matriz (endurecimento por deformação). Endurecimento que foi intensificado com os aumentos da temperatura de laminação (acima de 200 °C) e o grau de deformação,

como resultado da interação dos mecanismos de deformação com os fenômenos de recristalização, dissolução e precipitação.

Na recristalização dinâmica, o mecanismo da migração dos contornos dos grãos induzido por deformação envolveu a eliminação de defeitos cristalinos devido à migração dos contornos dos grãos na direção de maior deformação, formando protuberâncias (*bulges*) e ondulações nos contornos dos grãos (AL-SAMMAN, 2008). O desenvolvimento da recristalização foi impulsionado pela energia gerada nas deformações. Nas regiões, onde a matriz continha fases intermetálicas, o desenvolvimento da recristalização dinâmica também dependeu do tamanho e distribuição dos precipitados. Sendo que a energia preferencialmente se acumula em torno dos precipitados, das maclas e das bandas de cisalhamento, a nucleação dos novos grãos foi acelerada (ZHANG 1998, PADILHA, 2005).

Nos trabalhos experimentais de Wan e colaboradores (2009) foi constatado que durante a deformação a quente, os precipitados localizados nos contornos dos grãos foram dissolvidos na matriz, enquanto, no interior dos grãos novamente se nuclearam novos precipitados de fases intermetálica. E ressaltam que o mecanismo de formação de precipitados não passa pela etapa de formação de fases metaestáveis ou de transição. Os precipitados nuclearam preferencialmente nas discordâncias empilhadas e aumentaram de tamanho em função dos períodos submetidos à altas temperaturas, gerando fortes obstáculos (*strong pinner*) na movimentação das discordâncias durante a deformação.

Nas laminações com altos graus de redução, os precipitados com tamanhos grosseiros podem gerar regiões com altas tensões localizadas, as quais podem induzir facilmente a formação de trincas durante a deformação das ligas de magnésio (BRENNAN, 2012). Entretanto, a presença de precipitados finos pode contribuir à recristalização dinâmica no refinamento dos grãos porque eles operam como obstáculos que retardam o crescimento dos grãos nas regiões onde existem precipitados com tamanhos entre 2 μm e 5 μm (ZHANG, 2005 E CELOTTO, 2000).

A medição dos tamanhos dos grãos das amostras laminadas no segundo grupo também foi realizada seguindo a norma ASTM E562-02, baseada na interseção dos contornos de grão com uma linha teste de comprimento conhecido. Os resultados são mostrados na figura 4.39. A distribuição heterogênea dos tamanhos dos grãos gerou altos valores dos desvios padrão nas medições, motivo pelo qual, foram consideradas pouco significativas na evolução da microestrutura

das amostras laminadas, embora que as curvas mostraram uma aparente redução dos tamanhos dos grãos com o aumento da porcentagem de redução de espessura, em especial, na temperatura de laminações de 300 °C.

Figura 4.39 Variação do diâmetro médio dos grãos em função da porcentagem de redução de espessura das amostras laminadas no segundo grupo.

Anisotropia normal

Nas amostras do segundo grupo também foi avaliada a variação da anisotropia normal em função da temperatura e do grau de deformação. Na figura 4.40 se apresentam as variações da anisotropia normal em função da porcentagem de redução de espessura das amostras laminadas no segundo grupo.

Figura 4.40 A variação da anisotropia normal em função da porcentagem de redução de espessura das amostras laminadas no segundo grupo.

Os valores da anisotropia foram calculados com auxílio da eq. (8) também descrita na parte de revisão bibliográfica e os detalhes dos cálculos podem ser encontrados no anexo 1.

$$r = -\frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_t + \varepsilon_l} = \frac{\ln(w_0 / w_f)}{\ln(l_f w_f / l_0 w_0)} \quad (8)$$

Com o comportamento apresentado pela anisotropia se pode verificar que na medida em que aumentou a porcentagem de redução de espessura, o valor da anisotropia aumentou rapidamente nas laminações, devido à limitada deformabilidade a frio das ligas de magnésio.

O aumento da anisotropia sofreu uma queda gradual quando foi aumentada a temperatura da laminação, comportamento que era esperado porque se sabe que o aumento da temperatura ativa os sistemas de deslizamentos de planos não basais e o refino dos tamanhos dos grãos em consequência do desenvolvimento da recristalização dinâmica. No entanto, altos graus de deformação aplicados em temperaturas superiores a 250 °C voltaram a gerar rápidos aumentos da anisotropia, isto provavelmente foi devido ao crescimento exagerado de alguns grãos e à formação de precipitados.

Nos trabalhos experimentais de Agnew e colaboradores (2005) também foi verificado um comportamento oscilatório na variação da anisotropia normal com o aumento da temperatura de laminação (Figura 4.41).

Figura 4.41 Variação da anisotropia normal (r) em função da temperatura de uma peça deformada por laminação com 0,11 de grau de deformação (Agnew S.R., et al., 2005)

As amostras com deformações verdadeiras de 0,11 mostraram uma queda da anisotropia com aumentos da temperatura de laminação que não superem os 150 °C, acima desta temperatura voltou a aumentar novamente. Esta variação foi atribuída à presença de fases intermetálicas (Figura 4.41).

Os altos valores do desvio padrão obtidos nas medições de dureza Vicker e diâmetro médio dos grãos podem ser considerados, em parte, como resultado da alta anisotropia plástica gerada durante a laminação, embora também se saiba que interferem outros fatores nas propriedades das ligas de magnésio, assim como a textura cristalográfica inicial presente nas amostras (GOTTSTEIN, 2006).

Condutividade elétrica

As medições da condutividade elétrica em termos de %IACS do segundo grupo de laminações são apresentados na tabela 4.7 e na figura 4.42 são representados graficamente em função da porcentagem de redução de espessura.

Tabela 4.7 Valores da condutividade elétrica das amostras da liga de magnésio AZ31B após serem submetida às laminações no segundo grupo.

Amostra	Porcentagem de redução %	Temperatura de deformação °C	Valor médio da condutividade %IACS	Desvio padrão %IACS
A1	8,2	25	17,4	0,0
A2	13,0	25	17,4	0,0
A3	20,0	25	—	—
A4	20,7	300	17,5	0,0
A5	30,8	300	17,6	0,1
A6	39,4	300	17,6	0,0
A7	12,5	250	17,4	0,0
A8	21,6	250	17,4	0,0
A9	16,8	250	17,5	0,1
A10	11,1	200	17,4	0,0
A11	15,4	200	17,3	0,1
A12	8,2	100	17,4	0,0
A13	10,1	100	17,4	0,0
A14	15,4	100	17,4	0,0
A15	5,3	25	17,4	0,0
A16	14,4	25	17,4	0,1

Conforme a variação dos valores da condutividade elétrica na figura 4.42, nota-se que os baixos graus de deformação não influenciaram a condutividade da liga de magnésio AZ31B. Entretanto, os altos graus de redução aplicados em temperaturas elevadas (250 e 300 °C), aumentaram ligeiramente a condutividade. Este aumento provavelmente foi gerado pela dissolução dos elementos de ligas e formação de precipitados, gerando a diminuição da concentração de soluto na matriz com solução sólida, no entanto, as características microestruturais após deformação também podem ter afetado a variação da condutividade, mas foram pouco significativas. A diminuição da porosidade das amostras produzida nas deformações em altas temperaturas também pode ter afetado no aumento da condutividade elétrica das amostras, embora esta contribuição seja menos importante que o efeito dos solutos em solução sólida.

Figura 4.42 Variação da condutividade elétrica em função da porcentagem de redução das amostras da liga AZ31B laminadas no segundo grupo.

Nesse sentido, além de variar a resistência mecânica durante a deformação, a condutividade elétrica das ligas de magnésio também foi alterada pela aplicação de altos graus de deformação em elevadas temperaturas. E a dissolução dos elementos de liga influenciou em maior grau a condutividade elétrica que os defeitos cristalinos introduzidos durante a deformação. Por isso, as amostras laminadas em 300 °C apresentaram aumentos da condutividade elétrica com o grau de redução. As altas temperaturas facilitaram a formação de novos precipitados, deixando a matriz com menor concentração de soluto em solução sólida e com maior condutividade.

Difração de raios X

Os dados das amostras deformadas e selecionadas para análises de difração de raios X são mostrados na tabela 4.8.

Tabela 4.8 Condições das amostras selecionadas para análise de difração.

Amostra	Temperatura de laminação °C	Redução de espessura %	Dureza Vickers [kg _f /mm ²]
Mat. recebido	25	0	50
A1	25	8	74
A2	25	13	72
A5	300	31	81
A7	250	13	72
A8	250	22	73
A11	200	15	71
A14	100	15	70

Na figura 4.43 se mostra a comparação dos difratogramas do material recebido e das amostras deformadas, realizando previamente a normalização das intensidades em cada amostra.

Figura 4.43 Comparação dos difratogramas de raios X do material recebido com amostras deformadas no segundo grupo de laminações.

Com a comparação dos difratogramas (Fig.4.43), se pode constatar que a deformação gerou ligeiras variações nas intensidades dos picos de difração, os picos que correspondem aos planos basais (posicionados próximos a 34°) atingiram altas intensidades em todas as deformações devido à facilidade de ativação dos deslizamentos dos planos basais. Nas amostras deformadas a frio (amostras A1, A2 e A14) as intensidades dos planos não basais aumentaram com o grau de deformação em resposta à ativação de seus planos de deslizamento gerados pelas reorientações dos planos produzida pela formação de maclas na microestrutura, entretanto, também cabe destacar que a intensidade do pico prismático ($10\bar{1}0$) que está na posição angular próximo a 28° diminuiu consideravelmente, ao ponto de ser quase imperceptível devido à baixa atividade dos deslizamentos de planos não basais que favorece à formação das maclas, intensificando a textura basal.

Na figura 4.44 se compara os difratogramas de duas amostras deformadas em diferentes temperaturas de laminação e com reduções de espessura próximas a 13%.

Figura 4.44 Comparação dos difratogramas de raios X de duas amostras com igual grau de deformação, mas com temperaturas de laminação diferentes (25 °C e 250 °C).

Com o aumento da temperatura de laminação de 25 °C para 250 °C, os picos de difração ficaram ligeiramente mais alongados devido à restauração da microestrutura ativada em temperaturas acima de 200 °C. A ativação do escorregamento dos planos prismáticos e piramidais voltou a gerar a aparição do pico (10 $\bar{1}$ 0) (na posição angular próximo a 28°) que corresponde aos planos prismáticos.

Na figura 4.45 se compara duas amostras deformadas na mesma temperatura (a frio), mas com diferente porcentagem de redução de espessura.

Figura 4.45 Difrátogramas de raios X do material recebido e de duas amostras deformadas a temperatura ambiente (A1 e A2).

De acordo com a variação das intensidades mostrado na figura 4.45, se constata novamente que as intensidades dos picos de difração aumentaram com a porcentagem de redução, embora que na amostra A2 apresentou microtrincas laterais, o que pode ter aliviado as tensões residuais da amostra laminada. Com respeito às fases presentes nas amostras laminadas a frio, se pode indicar que apresentaram as mesmas fases que o material recebido, embora que na amostra A2 apareceram alguns indícios de novas fases nos ângulos próximos a 38°, 44°, 65° e

em 78°, eles apareceram como resultado da falta de homogeneidades da solução sólida de liga de magnésio AZ31B.

Figura 4.46 Comparação dos difratogramas de raios X do material recebido, da amostra laminada em 300 °C (A5) e do magnésio puro (89-4894).

Comparando os difratogramas da amostra laminada em 300 °C (figura 4.46) com do material recebido se evidencia a aparição de pequenos novos picos nas posições angulares de 38°, 46° e 68°, confirmando com isso a formação de novas fases quando se aumenta a temperatura de laminação.

De forma geral, a partir das variações das intensidades em função do grau e temperatura de deformação, pode-se indicar que a deformação plástica realizada em diferentes temperaturas gerou a deformação da rede cristalina, o que causou o alargamento e o deslocamento dos picos de difração devido à introdução de defeitos cristalinos e tensões residuais. Nesse sentido, nas laminações a frio, os aumentos de intensidade dos picos de difração foram proporcionais à densidade dos defeitos cristalinos. Entretanto, nas laminações a quente, a recristalização dinâmica fez oposição à deformação, diminuindo as intensidades dos picos. Embora que a formação dos precipitados pela dissolução dos elementos de liga gerou a formação

de novos picos e a distorção dos antigos nas temperaturas de laminação acima de 200 °C.

Com os difratogramas das amostras deformadas também foram determinados os valores dos parâmetros de rede da estrutura hexagonal, o cálculo foi realizado com auxílio do programa GSAS que utiliza o método de Rietveld no ajuste e refinamento dos picos de difração. Os valores obtidos dos parâmetros de rede (a e c) (tabela 4.9) são mostrados graficamente nas figuras 4.47, 4.48 e 4.49.

Tabela 4.9 Valores dos parâmetros de rede das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.

Amostra	Temperatura (°C)	Redução de espessura (%)	a (Å)	C (Å)	c/a
Material recebido	25	0	3,198431	5,195763	1,6245
A1	25	8	3,202474	5,194697	1,6221
A2	25	13	3,204011	5,191890	1,6204
A14	100	15	3,201861	5,193923	1,6222
A11	200	15	3,201988	5,194436	1,6223
A7	250	13	3,204313	5,192003	1,6203
A8	250	22	3,201473	5,194611	1,6226
A5	300	30	3,201609	5,195992	1,6229

Figura 4.47 Variação do parâmetro de rede (a) das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.

Figura 4.48 Variação do parâmetro de rede (c) das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.

Figura 4.49 Variação da relação (c/a) das amostras A1, A2, A14, A11, A7, A8 e A5 laminadas no segundo grupo.

De acordo com as variações dos parâmetros de rede, se pode notar que os parâmetros “a” e “c” mudaram de forma contrária nas laminações realizadas nas temperaturas de laminação de 25, 100 e 200 °C, as deformações geraram aumentos no parâmetro “a” e diminuições no parâmetro “c”. E em consequência, a relação dos parâmetros (c/a) também diminuiu, atingindo valores menores que do material recebido (1,6245). Entretanto, acima de 250 °C, ambos os parâmetros aumentaram de valor, confirmando a dissolução dos elementos de liga da matriz de magnésio para depois formar precipitados. O aumento de ambos os parâmetros de rede a e c verifica a saída dos elementos de liga da matriz de magnésio (PARK, 2007) e corrobora o empobrecimento dos elementos de liga na matriz.

4.3 Tratamentos térmicos após deformação

Recozimentos isócronos de 1h nas temperaturas de 150, 200, 250 e 300 °C

As amostras do segundo grupo após serem deformadas por laminação foram submetidas a recozimentos isócronos de 1h. Os recozimentos foram realizados nas temperaturas de 150, 200, 250 e 300 °C.

Análise microestrutural

As micrografias óticas das amostras deformadas e recozidas evidenciaram comportamentos parecidos com os aumentos da temperatura de recozimento. Nesse caso simplesmente se mostrou a evolução da microestrutura de uma só amostra. Na figura 4.53 são mostradas as micrografias da amostra A2 após ser submetida a recozimento em diferentes temperaturas.

Conforme as micrografias apresentadas na figura 4.50, com os tratamentos de recozimento em 150 °C, as amostras laminadas experimentaram uma restauração parcial da microestrutura, o processo de recuperação eliminou grande parte das maclas de deformação e as bandas de cisalhamento, no entanto as amostras ainda apresentaram algumas maclas de deformação nas micrografias.

Os recozimentos realizados em temperaturas acima de 200 °C geraram grãos recristalizados, os defeitos cristalinos quase desapareceram totalmente e alguns grãos aumentaram de tamanho em maior proporção devido ao desenvolvimento conjunto dos processos de recuperação, recristalização e crescimento dos grãos. Enquanto, os recozimentos feitos em 250 °C geraram estruturas totalmente

recristalizadas com distribuições dos tamanhos de grão quase uniforme. E com temperaturas de recozimento de 300 °C se ativou a recristalização secundária que gerou distribuições heterogêneas dos tamanhos dos grãos.

Figura 4.50 Micrografias óticas da amostra A2 após ser submetida a recozimentos isócronos de 1h em: a) 150 °C, b) 200 °C, c) 250 °C e d) 300 °C.

Os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão utilizaram como força motriz a energia armazenada na deformação, assim como a energia gerada pelos contornos de grão, de superfície e de interface.

A distribuição dos tamanhos de grão foi influenciada pela temperatura de recozimento e pelos efeitos retardadores de crescimento dos grãos que alguns precipitados produziram ao interagir com os fenômenos de restauração.

Na figura 4.51 se destacam os precipitados das amostras deformadas e recozidas nas temperaturas de 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C.

Figura 4.51 Micrografias obtidas com MEV da amostra A7 após ser submetida a recozimentos isócronos realizados em: a) 150 °C, b) 200 °C, c) 250 °C e d) 300 °C.

De acordo com a figura 4.51, na temperatura de recozimento de 150 °C os tamanhos dos precipitados ficaram similares ao do material recebido, denotando que não houve variação dos precipitados. Entretanto, em temperaturas acima de 200 °C apareceram precipitados de menor tamanho distribuídos nas regiões próximas onde os grãos pequenos apareceram, evidenciando com isso, a força retardadora que exercem os precipitados no crescimento dos grãos recristalizados.

O aparecimento dos precipitados de grande porte sugere o coalescimento de alguns precipitados e as variações dos tamanhos dos precipitados passam a impressão de uma aparente redistribuição dos precipitados durante os tratamentos térmicos de recozimento em altas temperaturas.

Se bem os precipitados posicionados nos contornos dos grãos recém-formados têm efeitos notáveis que obstaculizam o crescimento dos grãos (*pinning effect*), estes efeitos dependerão dos tamanhos e distribuição dos precipitados (XU, 2009). A distribuição uniforme de finos precipitados facilita o refinamento dos grãos, obstaculizando a movimentação dos contornos dos grãos durante a recristalização dinâmica. (WANG, 2008).

No entanto, os precipitados de grande porte distribuídos heterogeneamente podem eventualmente gerar efeitos prejudiciais nas propriedades mecânicas da liga (CHANGIZIAN, 2012). Visando melhorar a deformabilidade, é preciso homogeneizar a liga antes de qualquer processamento termomecânico.

Com os tratamentos de homogeneização se pode reduzir a distribuição desigual dos elementos de liga causada pela micro-segregação, e simultaneamente, se pode dissolver os compostos intermetálicos com baixos pontos de fusão.

Nos trabalhos de Li (2007) e coautores também foi evidenciado a formação de precipitados na deformação da liga de magnésio AZ31B. A nucleação dos precipitados foi estimulada pela formação de maclas e bandas de cisalhamento nas laminações a quente. As irregularidades de suas formas foram relacionadas à plasticidade de alguns precipitados e aos defeitos existentes no interior dos mesmos.

Os precipitados também podem ser deformados e até fraturados durante a deformação. Por exemplo, o precipitado $Mg_{17}Al_{12}$ tornar-se deformável em temperaturas acima de 150 °C.

A diferença de tensões heterogeneamente distribuídas na laminação provavelmente originou a fragmentação e a separação de pequenas partículas dos precipitados, as quais foram transportadas para outra área com o fluxo de material durante as deformações e aumentaram de tamanho durante os tratamentos de recozimento.

Segundo os estudos de Zhang, (2005), as partículas maiores que 2 μm funcionam como fortes barreiras na migração dos contornos dos grãos (*pinning*), gerando assim o refinamento do tamanho dos grãos. Entretanto, as partículas de menor tamanho não influenciam ao mecanismo de nucleação dos novos grãos e resultam pouco eficientes no refinamento dos grãos, porque não resultaram ser obstáculos suficientes.

Dureza Vickers

A variação da dureza das amostras deformadas e submetidas a recozimentos isócronos nas temperaturas de 150, 200, 250 e 300 °C são mostrados na figura 4.52. Os valores das medições são mostrados em detalhe no anexo 1.

Figura 4.52 Variação da dureza em função da temperatura de recozimento das amostras expostas a recozimentos de 1h em 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C. As amostras foram previamente laminadas em 25 °C ou 300 °C.

Segundo a figura 4.52, os tratamentos de recozimento isócronos realizados em temperaturas menores a 250 °C geraram uma queda pronunciada dos valores da dureza das amostras deformadas, a queda da dureza foi resultado do desenvolvimento dos processos de recuperação, recristalização e crescimento dos grãos. No entanto, a partir da temperatura de recozimento de 250 °C a queda da dureza diminuiu e os valores da dureza ficaram quase estáveis com ligeiras variações, gerados pela formação de precipitados.

O comportamento da dureza do material recebido foi o oposto, o recozimento em temperaturas menores que 200 °C gerou consideráveis aumentos da microdureza e acima de 200 °C começou a diminuir novamente, denotando com isso a dissolução dos precipitados em altas temperaturas.

Figura 4.53 Variação da dureza do material recebido após ser submetido a tratamentos de recozimento isócrono em temperaturas de 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C.

De um modo geral, se sabe que maiores graus de deformação reduzem o tempo e a temperatura necessários para que ocorra recristalização. E as reduções das temperaturas de laminação favorecem ao desenvolvimento da recristalização durante os tratamentos de recozimento. Por isso, ligas laminadas em altas temperaturas (acima de 300 °C) são mais difíceis de serem recristalizadas. Entretanto, a composição química da liga também influencia a recristalização: a presença de qualquer impureza ou soluto aumenta substancialmente a temperatura de recristalização em relação ao metal puro. E a existência de partículas dispersas na matriz pode acelerar ou retardar o processo de recristalização, dependendo dos tamanhos, espaçamento e estabilidade das partículas nas temperaturas de recozimento. Em alguns casos, partículas de tamanhos suficientemente grandes e próximas entre elas podem inibir a recristalização da liga.

Contudo, a tendência da dureza em função do grau e temperatura de deformação previa aos recozimentos das amostras deformadas é difícil definir porque são muitos fatores que afetam os processos de restauração. Por isso, nas variações da dureza das amostras recozidas e laminadas previamente na faixa de temperatura de 100 e 250 °C, mostradas na figura 4.54, não apresentaram comportamentos bem definidos porém aparentemente as amostras deformadas a frio com baixos graus de deformação atingiram menores valores de dureza que as

amostras deformadas em altas temperaturas (300 °C) e com altos graus de deformação.

Figura 4.54 Variação da dureza em função da temperatura de recozimento das amostras expostas a recozimentos de 1h em 150 °C, 200 °C, 250 °C e 300 °C, laminadas previamente em 100 °C, 200 °C e 250 °C.

Tratamentos de recozimentos realizados na temperatura de 200 °C com intervalos crescentes de tempo de recozimento aplicados nas amostras deformadas

As amostras laminadas a frio com reduções próximas a 10% e 15% e as amostras laminadas a quente com reduções entre 10% e 22% foram selecionadas para serem submetidas a recozimentos em 200 °C com intervalos crescentes de tempos de recozimento.

Análise microestrutural

Na figura 4.55 são apresentadas as micrografias das amostras deformadas e submetidas a tratamentos de recozimento em 200 °C por 2h e 4h. As amostras laminadas a frio e quente tiveram reduções de espessura de 10% e 22%, respectivamente.

Nas micrografias das amostras deformadas e recozidas por período de 2h, se pode observar claramente que as amostras recrystalizaram deixando as amostras com menores tamanhos dos grãos, em especial, na amostra laminada a quente, em

resposta a seu alto grão de deformação e presença de precipitados finos bem distribuídos. Entretanto, após 4h de recozimento em 200 °C foi evidenciado o crescimento exagerado de alguns grãos em ambas as amostras.

Figura 4.55 Micrografias ópticas das amostras recozidas em 200 °C por 2h e 4h, as amostras foram previamente laminadas a frio e quente com reduções de 10% (a e c) e 20% (b e d).

Na figura 4.56 são apresentadas as micrografias obtidas pelo MEV das amostras recozidas a 200 °C do material recebido, da amostra laminada a frio com 15% de redução e da amostra laminada a quente com 22% de redução após serem submetidas a tratamentos de recozimento em períodos 1h e 4h.

Nessas micrografias se destacam a formação e distribuição dos precipitados após os tratamentos de recozimento.

Figura 4.56 Micrografias obtidas pelo MEV das amostras recozidas em 200 °C após 1h e 4h (a) do material recebido (b) das amostras laminadas a frio com 15% de redução e (c) das amostras laminadas a quente com 20% de redução.

Após 1h de recozimento em 200 °C, no material recebido se evidencio a recristalização dos grãos e a formação de precipitados finos dispostos na forma de aglomerados, os quais desapareceram após aplicar 4h de recozimento, deixando a matriz só com precipitados de maior tamanho dispostos nos contornos dos grãos de menor tamanho.

Nas amostras deformadas, 1h de recozimento reduziu a quantidades dos defeitos pelos fenômenos de restauração, tais como a recuperação e a recristalização desenvolvidas preferencialmente nas regiões com maiores defeitos cristalinos.

A amostra laminada a quente ainda apresentou maclas de deformação após 1h de recozimento. E com relação à formação dos precipitados, em ambas as amostras laminadas a frio e quente, aumentou a quantidade e tamanho dos precipitados, entretanto após períodos de recozimento de 4h, a amostra laminada a frio ficou com menor quantidade que a amostra laminada a quente, a qual ficou com grandes aglomerados de precipitados de diferentes tamanhos.

Como ao final dos tratamentos de recozimento se procura refinar os tamanhos de grãos com a recristalização é importante combinar adequadamente a temperatura de recozimento com os períodos de recozimento. Quanto mais prolongado seja o tratamento, maior será o tamanho de grão resultante. Quanto maior a temperatura de recozimento, maior o tamanho de grão resultante, porém menor o grau de encruamento necessário para que a recristalização aconteça, entretanto a temperatura de laminação não altera significativamente a relação entre o tamanho de grão e o grau de deformação previa ou período de recozimento.

Nesse sentido, com os resultados obtidos ate agora se pode indicar que o refinamento quase homogêneo dos grãos e a distribuição uniforme dos precipitados podem ser atingidos com tratamentos de recozimento feitos em 200 °C por duas horas. Onde os altos graus de deformação aumentam a nucleação dos novos grãos e dos precipitados, facilitando o refinamento dos grãos, como consequência da nucleação e do crescimento dos novos grãos.

Nos tratamentos de recozimento em 200 °C, a recristalização das amostras deformadas se desenvolveu acompanhada pelo decrescimento da energia armazenada durante a deformação, pela formação de precipitados e pela eliminação das tensões residuais. A recristalização modificou as propriedades das amostras

deformadas e de alguma forma restaurou as propriedades originais da liga não deformada, com exceção do tamanho de grão e da textura.

Dureza Vickers

A figura 4.57 mostra a variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 25 °C e 100 °C.

Figura 4.57 Variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas a frio em 25 °C e 100 °C, com reduções próximas a 10% e 15%.

Conforme as variações da dureza (Figura 4.57), as amostras laminadas a frio amoleceram gradualmente em função do tempo de recozimento até atingir períodos de 60 minutos, após este período, seus valores ficaram quase estáveis com pequenas oscilações, mantendo-se próximos aos valores atingidos em 60 minutos. Após 120 minutos de tratamento, a dureza aumenta ligeiramente e permanece quase estável após 3 horas de tratamento.

Para visualizar melhor a variação da remoção da dureza das amostras recozidas foram realizadas normalizações nos valores da dureza em função da dureza final atingida em cada amostra após 4h de tratamento.

Esta normalização foi feita da mesma forma que nos trabalhos de Su e co-autores (2008). Onde a dureza normalizada é denominada como variação da dureza relativa. Este cálculo facilita a comparação da evolução da dureza nos tratamentos de recozimento de mostras laminadas com diferentes graus de deformação.

A dureza relativa (ΔH) foi definida como:

$$\Delta H = \left(\frac{H_o - H_i}{H_o - H_r} \right) \quad (9)$$

Onde:

ΔH é a variação da dureza relativa, H_o é a medida de dureza do material deformado, H_i é a medida de dureza do material recozido nos intervalos de recozimento e H_r é a medida de dureza após o tempo máximo de recozimento (240 minutos).

A variação da dureza relativa das amostras laminadas a frio mostrada na figura 4.58 também apresentou comportamentos oscilatórios que aparentemente indicam que a amostra laminada a frio com maior deformação (A2 13%, 25 °C) teve maior mudança no valor da dureza nos primeiros 60 minutos, ao contrario do que aconteceu na amostra A14 (15%, 100 °C) deformada a maior temperatura e com maior grau de deformação.

Figura 4.58 Variação da dureza relativa em função do tempo de recozimento das amostras laminadas a frio (25 °C e 100 °C), com reduções próximas a 10% e 15%.

Com os recozimentos das amostras deformadas em 100 °C e 200 °C se evidenciaram amolecimentos rápidos durante os recozimentos que dependeram mais da temperatura de laminação que do grau de deformação nos primeiros 60 minutos de recozimento, após este período os valores apresentaram oscilações (Figura 4.59).

Figura 4.59 Variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 100 °C e 200 °C, com reduções próximas a 10% e 15%.

Figura 4.60 Variação da dureza normalizada em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 100 °C e 200 °C, com reduções de 11% e 15%.

A partir da figura 4.60, se pode indicar que o recozimento das amostras laminadas em altas temperaturas (200 °C) gerou maiores remoções de dureza comparada com as amostras laminadas em baixas temperaturas. Este comportamento foi similar aos obtidos nos trabalhos experimentais de Su (2008), mostrado na Figura 4.61, no entanto as variações da dureza relativa em função do grau de deformação tiveram comportamentos contrários, a remoção deveria aumentar em proporção do aumento do grau de deformação (Figura 4.62).

A diferença de comportamento, provavelmente aconteceu devido à falta de homogeneização inicial do material recebido e a falta de dados com menores intervalos de recozimento.

Figura 4.61 Variação da dureza normalizada em função do tempo de recozimento (200 °C) das amostras deformadas em 200 °C e 400 °C com 0,5 de grau de deformação, dados obtidos nos trabalhos de Su (2008).

Figura 4.62 Variação da dureza normalizada em função do tempo de recozimento (200 °C) de amostras deformadas na temperatura ambiente, obtido nos trabalhos de Su (2008).

Além disso, a liga utilizada nos testes experimentais de Su (2008) não apresentava fases intermetálicas. Entretanto, no material do presente trabalho, o recozimento pode ter gerado como efeito adicional a precipitação e mudanças na concentração de soluto.

As variações da dureza Vickers e dureza relativa das amostras laminadas a quente (250 °C) e recozidas em 200 °C são mostrados na figura 4.63 e 4.64, respectivamente.

Figura 4.63 Variação da dureza em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 250 °C, com reduções de 13%, 17% e 22%.

Figura 4.64 Variação da dureza relativa em função do tempo de recozimento das amostras laminadas em 250 °C, com reduções de 13%, 17% e 22%.

Os tratamentos de recozimento das amostras laminadas em 250 °C geraram amolecimentos similares. O grau de deformação aparentemente não influenciou significativamente na variação da dureza, provavelmente porque os valores de dureza inicial das amostras foram similares, embora que os graus de deformação aplicados na laminação fossem diferentes.

As curvas da dureza relativa geradas mostraram comportamentos oscilatórios (Figura 4.65), portanto não foi possível indicar uma correlação bem definida com o grau de deformação das amostras laminadas.

Contudo, com os resultados obtidos nos tratamentos de recozimento, se pode concluir que nos primeiros 60 minutos, os recozimentos (em 200 °C) induziram a recuperação e a recristalização das amostras deformadas a frio e a quente, diminuindo notavelmente a dureza das amostras. Após este período, a dureza ficou estável com pequenas oscilações, voltando a aumentar ligeiramente com o decorrer do tempo de recozimento. No entanto, o comportamento do material recebido foi o oposto, nas duas primeiras horas, apresentou consideráveis aumentos da microdureza e depois começou a diminuir com o tempo (Figura 4.65).

Figura 4.65 Variação da dureza em função do tempo de recozimento do material recebido recozidas por 1h em 200 °C.

E de acordo com as variações da dureza relativa das amostras laminadas, pode-se indicar que foram mais influenciados pela temperatura de laminação que pelo o grau de deformação. Este comportamento pode ser devido à ativação térmica

dos fenômenos de restauração acompanhados com os processos da difusão dos elementos de liga. Entretanto, sabe-se que a recristalização também depende de outros fatores como a taxa de deformação, modo da deformação, tamanho e orientação dos grãos, cujos efeitos são difíceis de avaliar separadamente. Todavia alguns pesquisadores como Kaibyshev (1994) e Watanabe (2001) sugerem uma maior dependência do tamanho do grão inicial e uma falta de correlação da evolução da recristalização com a equação geral de Avrami.

Segundo os trabalhos de Sha (2010), na medida em que aumenta o grau e a temperatura de deformação, as maclas e discordâncias são acumuladas no material, favorecendo a nucleação dos precipitados e novos grãos recristalizados durante os tratamentos de recozimento.

Difração de raios X

As figuras 4.66 e 4,67 apresentam comparações dos difratogramas de amostras submetidas a recozimento, tais amostras foram obtidas a partir das amostras laminadas a frio e a quente, A1 e A8, respectivamente.

Figura 4.66 Comparação dos difratogramas das amostras deformadas e recozidas em intervalos crescente de tempo (de 1 a 4 horas) com a amostra deformada A1 e o material recebido.

Figura 4.67 Comparação dos difratogramas das amostras deformadas e recozidas em intervalos crescente de tempo (de 1 a 4 horas) com da amostra deformada A8 e do material recebido.

De acordo com as figura 4,66 e 4,67 se pode notar que os períodos de recozimento de 1h a 4h em uma temperatura de 200°C, não restauraram a intensidade do primeiro pico de difração que foi modificado durante a laminação (pico que corresponde aos planos prismáticos $(10\bar{1}0)$). Após um período de 4h de recozimento, os picos de difração dos planos piramidais $(10\bar{1}2)$ a 48°, $(10\bar{1}3)$ a 65°, $(11\bar{2}2)$ a 68° e $(20\bar{2}1)$ a 70° aumentaram na medida em que o tempo de recozimento aumentou e a intensidade dos picos que correspondem a os precipitados diminuiu devido à solubilidade dos mesmos na matriz.

Na figura 4.68 se apresenta uma comparação dos difratogramas das amostras do material recebido submetidas a recozimento em intervalos crescentes de tempo e a uma temperatura de 200 °C.

Figura 4.68 Comparação dos difratogramas das amostras recozidas (do material recebido.) em intervalos crescentes de tempo (de 1 a 4 horas) com o material recebido.

Nos difratogramas do material recebido, se pode notar que os picos dos planos piramidais aumentaram e a intensidade dos planos prismáticos diminuiu com o tempo de recozimento assim como os picos dos precipitados.

A partir dos difratogramas das amostras recozidas por períodos de 4 horas foram determinados os parâmetros de rede da estrutura hexagonal. Os valores dos parâmetros de rede (a e c), obtidos com auxílio do programa GSAS, são mostrados na tabela 4.10 e nas figuras 4.69, 4.70 e 4.71.

Tabela 4.10 Parâmetros de rede calculados pelo programa GSAS das amostras A1, A2, A14, A7 e A8 recozidas em 200 °C e por um período de 4 horas, que foram previamente laminadas em diferentes condições.

Amostra	Temperatura de laminação (°C)	Redução de espessura (%)	a (Å)	c (Å)	c/a
Material recebido	25	0	3,198930	5,195658	1,624186
A1	25	8	3,205553	5,193723	1,620227
A2	25	13	3,205378	5,191890	1,619743
A14	100	15	3,205355	5,193473	1,620249
A7	250	13	3,199044	5,196323	1,624336
A8	250	22	3,199793	5,196505	1,624013

Figura 4.69 Variação do parâmetro de rede (a) das amostras A1, A2, A14, a7 e A8 recozidas em 200 °C e por um período de 4 horas, as amostras previamente foram laminadas em diferentes condições.

Figura 4.70 Variação do parâmetro de rede (c) das amostras A1, A2, A14, a7 e A8 recozidas em 200 °C e por um período de 4 horas, as amostras previamente foram laminadas em diferentes condições.

Figura 4.71 Variação da relação dos parâmetros de rede (c/a) das amostras deformadas A1, A2, A14, a7 e A8 e recozidas em 200 °C por um período de 4 horas, as amostras previamente foram laminadas em diferentes condições.

Observando a variação dos parâmetros de rede calculados, se pode notar que os períodos de recozimento de 4h diminuíram os valores do parâmetro “a” e aumentaram os valores do parâmetro “c” nas amostras deformadas a 25 °C e 100 °C. No entanto, nas amostras deformadas em 250 °C aconteceu o contrário e a relação dos parâmetros de rede (c/a) diminuiu, demonstrando com isso que alguns elementos de liga, como o alumínio e o manganês foram difundidos à matriz de magnésio em altas temperaturas de deformação.

Lembrando que a saída do alumínio ou do zinco da matriz de magnésio por difusão produz a contração da rede cristalina do magnésio. Se o parâmetro (a) reduz em maior proporção que o parâmetro (c), se gera maiores valores da relação de (c/a), em situações contrárias geram menores valores de c/a (PARK, 2007).

A variação dos parâmetros de rede pode estar relacionada a dois fatores: alívio das tensões residuais eventualmente introduzidas na deformação e diminuídas durante os tratamentos de recozimento e/ou formação de solução sólida na matriz de magnésio gerado pela dissolução dos elementos de liga.

4.3 Análise da textura das amostras deformadas por laminação

A textura da chapa da liga de magnésio AZ31B no estado como recebido (produzido pelo processo *Twin-Roll Caster*) e suas mudanças induzidas por

deformação plástica foram estudadas nas superfícies paralelas ao plano de laminação das amostras que constituíram os dois grupos de laminações, os quais foram realizados em diferentes condições.

A textura foi estudada, utilizando a técnica de análises de figuras de pólos. As figuras de pólos foram geradas para quatro planos cristalinos que correspondem aos planos basais (0002), prismáticos $(10\bar{1}0)$, $(11\bar{2}0)$ e piramidais $(10\bar{1}1)$.

A posição dos planos na estrutura cristalina hexagonal (hcp) é mostrada na figura 4.72.

Figura 4.72 Posição dos planos selecionados para análise das figuras de pólos.

As figuras de pólos geradas pelos planos basais (0002), piramidais $(10\bar{1}1)$ e prismáticos $(10\bar{1}0)$ e $(11\bar{2}0)$ do material recebido são mostradas na Figura 4.73.

De acordo com a forma e intensidade da figura de pólos dos planos basais (0001), se observa que o material recebido apresentou uma forte textura basal, onde os planos basais (0002) estiveram posicionados perpendicularmente à direção normal da chapa e os planos prismáticos resultaram paralelos à direção normal.

A figura de pólos dos planos piramidais $(10\bar{1}1)$ mostrou uma textura parcial de fibra com variação de $60^\circ \leq \beta \leq 300^\circ$, o que significa que estes planos ficaram espalhados quase aleatoriamente sobre a superfície de laminação, formando ângulos de 45° e 50° com o eixo normal da chapa.

Como a figura de pólos do plano basal encontra-se ligeiramente espalhada na direção de laminação (DL), pode-se assumir uma ligeira inclinação dos planos basais, onde a maior parte dos cristais apresenta o eixo c alinhado com a direção normal da chapa. Consequentemente, os planos basais quase paralelos com a

superfície de laminação, enquanto, os planos prismáticos paralelos à normal do plano de laminação. Em resumo, pode-se indicar que os hexágonos da estrutura na chapa do material recebido estão ligeiramente inclinados com relação à direção de laminação, formando um ângulo aproximado de 10° com a direção normal.

Figura 4.73 Figuras de pólos do material recebido obtidos para os planos: a) basais (0002), b) piramidais ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) ($11\bar{2}0$).

Segundo a classificação das figuras de pólos dos materiais hexagonais deformados, o material recebido da liga AZ31B apresentou uma grande similaridade com a figura de pólos dos planos basais correspondentes as ligas que apresentam a relação de parâmetros de rede c/a próximos ao valor ideal (1,633).

Nas imagens das figuras de pólos dos planos prismáticos ($10\bar{1}0$) não foi possível ver o anel formado pela distribuição dos planos prismáticos porque as figuras de pólos medidas correspondem a figuras de pólos incompletas, onde o

ângulo de rotação α variou de 0° a 75° . Por isso, as intensidades dos planos prismáticos foram muito baixos comparados com as intensidades dos planos basais, mas isso ajuda de alguma maneira, a confirmar a posição perpendicular da maior parte dos planos prismáticos. Por outro lado, com o cálculo dos valores dos ângulos formados entre os planos cristalinos selecionados para análise, pode-se verificar se coincidem com a posição dos pólos nas figuras de pólos obtidas nas análises.

Figura 4.74 Figuras de pólos de metais com estrutura hexagonal com diferentes relações de c/a : (a) $c/a > 1,633$ (Zn, Cd), (b) $c/a \sim 1,633$ (Mg, Co), (c) $c/a < 1,633$ (Ti, Zr) (WANG, 2003).

Os valores dos ângulos calculados a partir dos índices de Miller são mostrados na tabela 4.11. Os ângulos foram calculados utilizando a eq. (10) que aparece a continuação, a qual relaciona os parâmetros de rede do material recebido ($a = 0,31984$ nm; $c = 0,51958$ nm; $c/a = 1,62447$) com os índices de Miller dos planos cristalinos.

$$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + \frac{1}{2}(h_1 k_2 + h_2 k_1) + \frac{3a^2}{4c^2} l_1 l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3a^2}{4c^2} l_1^2 \right) \left(h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2 + \frac{3a^2}{4c^2} l_2^2 \right)}} \quad (10)$$

Tabela 4.11 Ângulos formados entre os planos basais (0002), piramidais (10 $\bar{1}$ 1) e prismáticos (10 $\bar{1}$ 0) e (11 $\bar{2}$ 0)

Ângulo entre planos		graus
Basal- prismático	(0002)(10 $\bar{1}$ 0)	90
Basal-prismático	(0002)(11 $\bar{2}$ 0)	90
Basal- piramidal	(0002)(10 $\bar{1}$ 1)	62
Piramidal-Prismático	(10 $\bar{1}$ 1)(10 $\bar{1}$ 0)	28
Piramidal-Prismático	(10 $\bar{1}$ 1)(11 $\bar{2}$ 0)	64
Prismático-prismático	(10 $\bar{1}$ 0)(11 $\bar{2}$ 0)	30
Piramidal-Prismático	(10 $\bar{1}$ 1)($\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ 0)	90

Comparando os ângulos cálculos com os ângulos formados entre os planos basais e piramidais reproduzidos nas figuras de pólos, se observa uma coincidência entre eles, a distância que separa os pólos basais e piramidais está entre 60 e 65°, valor que ficou próximo com o valor calculado 62°, constatando com isso a inclinação dos planos basais.

Nos trabalhos de Masoumi e colaboradores (2010) também se obtiveram uma forte textura basal em uma chapa de liga de magnésio AZ31B que foi produzida pelo processo de *twin-roll caster* (Figura 4.75).

Figura 4.75 Figura de pólos dos planos basais (0002) obtida nos trabalhos de Masoumi (2010).

Pela análise dos mecanismos de deformação propostos para as ligas de magnésio pode-se inferir que os deslizamentos basais $\{0002\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ocorreram preferencialmente, favorecendo a forte textura basal.

Análise de textura do primeiro grupo de amostras laminadas

As amostras do primeiro grupo, laminadas no mesmo sentido de laminação que a do material recebido, com redução de espessura constante de 30%, com velocidade de rotação dos cilindros de laminação de 20 rpm e com diferentes temperaturas de laminação, geraram figuras de pólos que variaram em função da temperatura de deformação. Na figura 4.76 se mostra as figuras de pólos da amostra laminada a temperatura ambiente.

Figura 4.76 Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 25 °C.

A redução de 30% por laminação gerou figuras de pólos ligeiramente diferentes que o material recebido.

Na figura de pólos dos planos basais, o polo dividiu-se em dois pólos deslocados sobre a direção transversal, e formando aproximadamente $\pm 10^\circ$. A presença dos dois pólos denota que os planos basais estão orientados preferencialmente em dois sentidos opostos, gerando dois conjuntos de planos.

Na figura de pólos dos planos piramidais, foram gerados dois pólos, um com maior intensidade que o material recebido e deslocado aproximadamente 50° sobre a direção transversal, mostrando com isso, que a redução de 30% ocasionou a reorientação de uma grande fração dos planos piramidais.

Quando se realiza a medição da distância do polo dos planos basal ao polo dos planos piramidais, verifica-se que os planos piramidais formaram aproximadamente os 60° calculados teoricamente com os planos basais

No caso das figuras de pólos dos planos prismáticos, a reorientação dos planos detectados pode ser considerada pouco significativa porque poucos planos prismáticos foram detectados pela análise de difração de raios X, devido à falta de visualização de 100% das varreduras na análise de difração de raios X. Entretanto, pode-se concluir que eles mantiveram a posição perpendicular com os planos basais.

O aumento da temperatura de laminação para 100°C gerou figuras de pólos similares à amostra deformada na temperatura ambiente. Entretanto, a intensidade dos pólos dos planos basais aumentou, ficando os pólos mais espalhados no eixo transversal de laminação (Figura 4,77).

Os pólos dos planos piramidais ficaram mais intensos e simétricos, deslocando-se de forma oposta sobre a direção transversal, até ficar aproximadamente a $\pm 50^\circ$ da superfície de laminação. Entretanto, as figuras de pólos dos planos prismáticos detectados mostraram baixas intensidades e certa aleatoriedade na distribuição deles.

Figura 4.77 Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 100 °C.

A temperatura de laminação de 200 °C intensificou ainda mais a textura basal, embora que a forma das figuras de pólos manteve similaridade com as figuras das amostras deformadas a frio (Figura 4.78).

As intensidades dos pólos dos planos basais aumentaram mais que as intensidades obtidas nas deformações realizadas em menores temperaturas, favorecendo mais a textura basal.

Este resulta indica que a evolução da recristalização dinâmica nas temperaturas de laminação de 200 °C não atingiu níveis de quantidade de grãos recristalizados suficientes para modificar a textura do material recebido ou provavelmente alguns núcleos não aumentaram em tamanho.

Figura 4.78 Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 200 °C.

Entretanto, as figuras de pólos dos planos prismáticos quase não mudaram de forma e intensidades, o que indica que a maior parte dos planos prismáticos permaneceu na posição paralela à normal do plano de laminação.

As figuras de pólos das amostras laminadas em 250 °C são mostradas na figura 4.79. Onde se pode observar que as formas dos pólos dos planos basais e piramidais mudaram bastante, embora as intensidades ficassem bem próximas às do material recebido. Os pólos dos planos basais, por sua vez, se deslocaram sobre a direção de laminação, ficando de forma oposta em $\pm 25^\circ$ sob o eixo da direção de laminação, e com um polo mais intenso que o outro.

Figura 4.79 Figuras de pólos da amostra laminada no primeiro grupo com 30% de redução de espessura em 250 °C.

No caso dos planos piramidais, eles ficaram distribuídos em quatro pólos posicionados quase simétricos sobre os eixos da direção de laminação e a transversal (Figura 4.79). Isto confirma que algumas frações dos hexágonos giraram formando inclinações que deixaram os planos piramidais ($10\bar{1}1$) distribuídos em grupos orientados perpendicularmente entre eles e formando ângulos em torno de 40° e 50° com os eixos de laminação e a normal da chapa.

Para dar uma ideia do que aconteceu na microestrutura, quando foram realizadas as deformações em altas temperaturas de 250 °C, se pode indicar que um grupo de hexágonos girou até que seus planos piramidais ficassem na posição dos planos prismáticos ($\bar{1}2\bar{1}0$) ou ($11\bar{2}0$). Nessa posição, os planos prismáticos ($10\bar{1}1$) de um dos grupo formam um ângulo de 90° com os planos piramidais ($10\bar{1}1$) do outro grupo.

Com a rotação dos hexágonos se gerou uma redistribuição dos planos prismáticos e a diminuição das intensidades dos poucos planos prismáticos detectados, os quais aparentemente ficaram distribuídos aleatoriamente na amostra.

Comparando os valores das intensidades das figuras de pólos mostrados na tabela 4.12 e na figura 4.80, nota-se que as laminações com reduções de 30% em espessura, no mesmo sentido de laminação e à temperatura ambiente, não enfraqueceram a forte textura basal do material recebido, embora as figuras de pólos tenham ficado distribuídas e espalhadas em dois pólos com orientação oposta.

O aumento da temperatura de laminação até 200 °C desfavoreceu gradualmente o enfraquecimento, gerando novamente chapas com intensa textura basal. Entretanto, em temperaturas superiores 250 °C, a ocorrência de recristalização dinâmica enfraqueceu a intensidade da textura basal, mas não conseguiu diminuir a um nível inferior ao do material recebido.

Contudo, as laminações realizadas no mesmo sentido de laminação que o material recebido, com reduções de espessura de 30%, com velocidades de laminação de 0,07536 m/s e com altas taxas de deformação ($5,7 \text{ s}^{-1}$) não conseguiram enfraquecer a textura basal do material recebido, embora que os aumentos da temperatura de laminação ativaram a recristalização dinâmica.

De acordo com os resultados das intensidades dos pólos, se pode sugerir como condições adequadas de laminação às condições das amostras deformadas a frio (25° C) ou na condição extrema de 250 °C.

Tabela 4.12 Intensidades das figuras de pólos das amostras laminadas no primeiro grupo, amostras laminadas em diferentes temperaturas com redução de espessura de 30%.

Temperatura de laminação °C	Intensidades dos planos			
	Basal (0002)	Piramidal (10 $\bar{1}$ 1)	Prismático (10 $\bar{1}$ 0)	Prismático (11 $\bar{2}$ 0)
M recebido	6,545	1,679	1,425	1,458
25 °C	6,494	2,236	1,38	1,606
100 °C	7,001	2,135	1,425	1,365
200 °C	7,835	2,155	1,296	1,503
250 °C	6,762	1,916	1,341	1,353

Figura 4.80 Variação das intensidades das figuras de pólos correspondentes aos planos basais (0002), piramidal (10 $\bar{1}$ 1) e prismáticos (10 $\bar{1}$ 0) e (11 $\bar{2}$ 0) para o material recebido e as amostras laminadas no primeiro grupo.

Segundo os trabalhos de Wang, (2003), os planos basais da liga de magnésio AZ31 também ficaram distribuídos em dois pólos espalhados na direção transversal, cujos deslizamentos preferencialmente foram realizados na direção <11 $\bar{2}$ 0> (Figura 4.81)

Figura 4.81 Esquema da disposição dos cristais na chapa.

Nos estudos de Jin 2006, a deformação por laminação conduziu a uma forte textura basal onde os planos basais {0002} ficaram paralelos à superfície de laminação e os planos prismáticos (10 $\bar{1}$ 0) ficaram perpendiculares à direção de

laminação. Eles atribuíram este comportamento à baixa tensão crítica de cisalhamento (CRSS) dos deslizamentos de planos basais e à falta de acúmulo de discordâncias de planos basais nos contornos dos grãos, os quais são necessários para ativar a recrystalização. Nesse caso, eles sugeriram que as células cristalinas com orientação preferencial basal são mais estáveis e retardam a nucleação e o crescimento dos grãos.

Quando a formação de novos grãos não é intensa, a textura basal é mantida e os grãos com orientação diferente são consumidos facilmente pela recrystalização dinâmica na medida em que a deformação a quente acontece.

Nos mecanismos de deformação a frio das ligas de magnésio, a formação de maclas é que gera em maior proporção a variação das intensidades na textura, e quando se aumenta a temperatura de laminação, a ativação dos planos não basais contribui na reorientação dos planos durante a deformação. Dessa forma, o aporte dos escorregamentos de planos cristalinos é limitado por cisalhamento simples na deformação a quente, porque a rotação contínua da estrutura cristalina gera uma mudança também contínua da textura. No caso das maclas já é um pouco diferente, porque, em vez de mudar gradualmente a orientação dos planos como fazem os deslizamentos, as maclas reorientam volumes de planos maclados de forma descontínua. Como a nova orientação de cada volume maclado é muito diferente da orientação inicial, são gerados volumes descontínuos com orientações diferentes.

Todas as maclas conseguem mudar a direção do escorregamento dos planos, as maclas de extensão acomodam alongamento no eixo c pela formação de maclas nos planos $\{10\bar{1}2\}$ e aumentam a tensão de escoamento (*flow stress*) assim como a dureza devido às barreiras geradas pelos contornos das maclas para o deslizamento das discordâncias.

As maclas de contração acomodam contração ao longo do eixo c pela formação das maclas nos planos $\{10\bar{1}1\}$ que geram uma reorientação de 56° dos planos basais em torno da direção $[1\bar{2}10]$, esta mudança facilita o deslizamento dos planos que favorece ao amolecimento da liga.

As maclas que alguns autores denominam como secundárias aceleram a formação de trincas devido à formação de maclas nos planos $\{10\bar{1}2\}$ e reorientação de 38° na direção $[1\bar{2}10]$ dos planos basais (Figura 4.82).

Figura 4.82 Posições das maclas secundárias na estrutura hexagonal.

Os fenômenos de recristalização dinâmica e a formação de precipitados, que acontecem nas laminações acima de 200 °C contribuem no enfraquecimento da textura basal.

Nos trabalhos experimentais de Barnett (2012), também foi constatada a recristalização dinâmica na deformação por compressão a 310 °C da liga de magnésio AZ31B. A nucleação dos novos grãos recristalizados a partir da formação de protuberâncias (ou embarrigamento) nos contornos dos grãos deformados permitiu a alteração da textura, pois o novo grão e o grão progenitor terminam o processo com orientações diferentes. Além disso, conclui que a nucleação da recristalização dinâmica nos contornos dos grãos pode representar um endurecimento durante trabalho a quente.

A recristalização dinâmica em ligas deformadas a quente é impulsionada, em parte, pela energia de superfície dos contornos dos grãos.

Análise da textura do segundo grupo de amostras laminadas

No segundo grupo, as laminações foram realizadas no sentido perpendicular à direção de laminação da chapa do material recebido, a direção transversal do material recebido ficou posicionada na direção de laminação. Relembrando que as laminações foram realizadas com menor velocidade de rotação dos cilindros de laminação (10 rpm) que gerou uma velocidade periférica de laminação de 0,0565 m/s. Neste segundo grupo as amostras deformadas a frio (temperatura ambiente)

tiveram reduções de espessura de (aproximadamente) 5% até 15% sem formação de trincas. Entretanto, em altas temperaturas a máxima redução conseguida em um só passe foi 40%, utilizando uma temperatura de laminação de 300 °C.

Assim como no primeiro grupo, no segundo grupo de amostras laminadas também foram realizadas as medições de textura e analisadas por meio das figuras de pólos dos planos basais (0002), piramidais ($10\bar{1}1$) e prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$). Na figura 4.83, são mostradas as figuras de pólos da amostra A15, a qual foi laminada na temperatura ambiente (25 °C), aplicando uma taxa de deformação de $1,3 \text{ s}^{-1}$ para atingir a redução em espessura de 5,3%.

Figura 4.83 Figuras de pólos da amostra A15 (5,3%, 25 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

Observando as figuras de pólos da figura 4.83, se nota que a mudança no sentido de laminação gerou figuras de pólos cilíndricas e simétricas bem definidas e com maior intensidade. Com a redução de espessura de 5% à temperatura

ambiente, o sentido de deslocamentos dos pólos sobre a direção transversal foi facilitado, onde os dois grupos de planos basais ficaram orientados de forma oposta entre eles, formando um ângulo de ($\pm 10^\circ$) com a direção transversal ao sentido de laminação.

Os planos piramidais ($10\bar{1}1$) ficaram distribuídos em dois pólos de fibra parcial espalhados preferencialmente sobre o eixo transversal, formando ângulos próximos a $\pm 50^\circ$ com a direção normal à chapa. Os planos prismáticos novamente não foram detectados totalmente pela análise de difração devido à sua perpendicular com a direção de laminação, entretanto, os poucos planos prismáticos ($11\bar{2}0$) detectados ficaram distribuídos aleatoriamente.

Figura 4.84 Figuras de pólos da amostra A1 (8,2%, 25 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

Aumentando a porcentagem de redução (8%) de espessura na laminação a frio, as figuras de pólos do plano basal (Figura 4.84) ainda apresentaram dois pólos deslocados no eixo transversal. Um deles ficou mais deslocado e com maior tamanho, demonstrando a variação dos deslocamentos dos planos basais, aparentemente uma grande fração deles foi reorientada num sentido oposto à fração menor, gerando entre ambos uma intensa textura basal. No caso dos planos piramidais ($10\bar{1}1$), eles formaram quatro pólos, dois de alta intensidade (isolinhas em vermelho) espalhados sobre o eixo transversal e dois de baixa intensidade (isolinhas em verde) espalhados sobre a direção de laminação. Os grupos de alta intensidade ficaram quase perpendiculares com os de baixa intensidade, o que sugere que alguns planos foram deslocados acentuadamente, enquanto outros foram limitados por algum defeito ou obstáculo. As baixas intensidades das figuras de pólos dos planos prismáticos e a ausência do anel característico confirmam as posições perpendiculares à direção de laminação. Suas intensidades quase não variaram com respeito ao material recebido.

A redução de espessura de 13% gerou uma figura de pólos dos planos basais (0002) bem característico das ligas de magnésio deformadas. Os pólos dos planos basais atingiram altas intensidades e se deslocaram sobre a direção transversal, formando inclinações de $\pm 10^\circ$ com a direção normal (Figura 4.85). No caso dos planos piramidais ($10\bar{1}1$), eles ficaram distribuídos em quatro pólos com intensidades baixas e altas. Os de maior intensidade ficaram espalhados sobre o eixo transversal, enquanto os pólos de menor intensidade continuaram alinhados com o eixo de laminação e paralelos com o eixo normal, quase chegando a ocupar a posição dos planos basais, entretanto espalhados sobre a direção de laminação. Os pólos dos poucos planos prismáticos ($10\bar{1}0$) detectados ficaram espalhados na diagonal formada entre os eixos da direção de laminação e a transversal, fato que de alguma corrobora com a rotação da estrutura hexagonal quando se muda o sentido da laminação e se aplicada elevadas taxas de deformação ($2,1 \text{ s}^{-1}$) na laminação a frio.

Figura 4.85 Figuras de pólos da amostra A2 (13%, 25 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

Agora, observando as figuras de pólos das amostras deformadas em altas temperaturas (300 °C) se nota que as intensidades dos pólos dos planos basais diminuíram em níveis inferiores ao do material recebido na medida em que se aumentou o grau de deformação, começando a partir de 20% e sem superar os 35% da porcentagem de redução de espessura.

O enfraquecimento da intensa textura basal do material recebido, provavelmente, aconteceu como resultado da ativação e interação dos fenômenos de recristalização dinâmica e precipitação durante a laminação a quente. Entretanto, a forma das figuras de pólos (Figura 4.86) foi muito similar com as amostras deformadas a frio.

Figura 4.86 Figuras de pólos da amostra A4 (20,7%, 300 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

Com a porcentagem de redução de espessura de 30,8% foi possível enfraquecer consideravelmente a intensa textura basal do material recebido, redirecionando as células cristalinas, de tal forma, que o único pólo formado pelos planos basais mudou de direção de deslocamento, avançando nesta vez sobre a direção de laminação em quase 20°. Enquanto, os pólos dos planos piramidais ($10\bar{1}1$) aumentaram ligeiramente suas intensidades formando novamente uma textura de fibra parcial com planos espalhados sobre os eixos da direção de laminação (Figura 4.87).

Figura 4.87 Figuras de pólos da amostra A5 (30,8%, 300 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

No caso da amostra laminada com redução próxima a 40% (A6; 39,8%) em 300 °C, as figuras de pólos dos planos basais ficaram com maior intensidade e com menor simetria que as tornou menos cilíndricas, seus pólos ficaram espalhados na diagonal formada entre os eixos de laminação e a transversal (Figura 4.88). Como os pólos dos planos basais saíram do eixo normal, aparentemente perderam a posição paralela com direção de laminação, ficando inclinados entre 10 e 20° com a direção normal à laminação. Entretanto, os pólos dos planos piramidais ($10\bar{1}1$) também foram deslocados fora dos eixos transversal e de laminação, formando ângulos de quase $\pm 45^\circ$ com a normal. Os pólos dos planos prismáticos apresentaram uma textura de fibra com planos espalhados sobre a direção de laminação e a transversal, formando ângulos de 60° com a normal a chapa.

Figura 4.88 Figuras de pólos da amostra A6 (39,8%, 300 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

Contudo, pode-se indicar que a maior parte dos hexágonos, além de rotar sob o eixo c da estrutura, os hexágonos ficaram ligeiramente inclinados à superfície de laminação.

Ao diminuir a temperatura de laminação para 250 °C e o grau de deformação para 13% se verificaram que tais condições não conseguiram enfraquecer a textura basal do material recebido, pelo contrario a intensificaram mais. Na figura 4.89, se pode ver que os pólos ainda ficaram deslocados sobre a direção transversal.

A figura de pólos dos planos piramidais ficou com pouca definição, como resultado da presença de grãos grosseiros produzidos pelos dos fenômenos de crescimento dos grãos durante a laminação a quente, tornando difícil a visualização da orientação preferencial dos planos piramidais.

Figura 4.89 Figuras de pólos da amostra A7 (12,5%, 250 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) prismáticos ($11\bar{2}0$).

Entretanto, na temperatura de laminação de 250 °C, a intensidade da textura basal do material deformado diminuiu na medida em que o grau de deformação aumentou. Com porcentagem de redução de espessura acima de 20%, se conseguiu enfraquecer a intensidade dos planos basais do material recebido, o que pode ser constatado nas figuras de pólos apresentadas na figura 4.90. O enfraquecimento da textura basal, muito provavelmente foi devido à diminuição do tamanho dos grãos causada pela recristalização dinâmica.

Figura 4.90 Figuras de pólos das amostras A8(21,6%, 250 °C) e A9(16,8%, 250 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002) e b) piramidais ($10\bar{1}1$).

As figuras de pólos das amostras laminadas a 200 °C (Figura 4.91) ficaram muito semelhantes às laminadas a frio, variando apenas nas intensidades. Os planos piramidais formaram texturas de fibra parciais com planos espalhados a $\pm 50^\circ$ da direção normal à chapa. As reduções menores a 15% na foram suficientes para enfraquecer a textura basal do material recebido pelo contrário a acentuaram na medida em que aumentou a porcentagem de redução.

Figura 4.91 Figuras de pólos das amostras A10 (11,1%, 200 °C) e A11 (15,4%, 200 °C) obtidas para os planos a) basais (0002) e b) piramidal ($10\bar{1}1$).

As amostras laminadas em 100 °C (A12, A13, A14) também geraram figuras de pólos dos planos basais e piramidais (Figura 4.92) parecidas com as amostras deformadas na temperatura ambiente. As intensidades dos pólos dos planos basais diminuíram com o aumento do grau de deformação, embora não diminuíram em níveis inferiores ao do material recebido, entretanto, suas intensidades foram menores que as amostras deformadas na temperatura ambiente.

Figura 4.92 Figuras de pólos das amostras A12 (8,2%, 100 °C), A13 (10,1%, 100 °C) e A14 (15,4%, 100 °C) obtidas para os planos: a) basais (0002) e b) piramidal ($10\bar{1}1$).

Como as condições de laminação influenciam diretamente nas propriedades mecânicas e no desenvolvimento da textura, realizou-se a redução de espessura em três passes consecutivos (amostras A16) na temperatura ambiente e a 90° da direção de laminação do material recebido. Em cada passe foi reduzido aproximadamente 5%. As figuras de pólos da amostra A16 são mostradas na figura 4.93, onde se pode notar que o acúmulo de deformação não mudou o sentido do deslocamento dos pólos dos planos basais, nem enfraqueceu a textura basal do material recebido, pelo contrário, aumentaram em maior proporção que o resto das amostras laminadas (Tabela 4.11).

Figura 4.93 Figuras de pólos da amostra Amostras A16 (14,4%, 25 °C) obtidas para os planos: a) Basais (0002), b) piramidal ($10\bar{1}1$), c) Prismáticos ($10\bar{1}0$) e d) ($11\bar{2}0$).

Na tabela 4.13 são apresentadas as intensidades das figuras de pólos das amostras laminadas no segundo grupo e na figura 4.94 é representada graficamente a comparação das intensidades. Da comparação das intensidades das figuras de pólos das amostras laminadas no segundo grupo, se nota que as condições de laminação que enfraqueceram em maior proporção a textura basal do material recebido foram as que pertencem à amostra A5, cuja temperatura de laminação foi 300 °C e sua porcentagem de redução de espessura foi 30%. Nessas condições conseguiram-se mudar de orientação os pólos dos planos basais, deslocando-os para a direção de laminação.

Nas laminações a frio, o enfraquecimento da textura basal não foi evidenciado em proporções significativas. Segundo os trabalhos de Chang (2009) a forte textura basal é favorecida pela intensa formação de bandas de cisalhamento e maclas durante a laminação, assim como pela distribuição heterogênea de grãos de grande porte na liga de magnésio AZ31B. Como os planos prismáticos e piramidais geraram baixos aumentos de suas intensidades, comparados com os planos basais, demonstrando com isso, a baixa atividade dos deslocamentos dos planos não basais nas deformações a frio.

Tabela 4.13 Intensidades das figuras de pólos das amostras laminadas no segundo grupo e no sentido perpendicular à direção de laminação do material recebido.

Amostra	Porcentagem de redução %	Temperatura de deformação °C	Taxa de deformação s ⁻¹	Intensidades dos planos			
				Basal (0002)	Piramidal (10 $\bar{1}$ 1)	Prismático (10 $\bar{1}$ 0)	Prismático (11 $\bar{2}$ 0)
MRec	como recebido			6,545	1,679	1,425	1,458
A15	5,3	25	1,3	7,752	1,947	1,184	1,408
A1	8,2	25	1,6	7,690	1,845	1,486	1,442
A2	13,0	25	2,1	7,895	1,912	1,427	1,419
A4	20,7	300	2,7	6,332	1,969	1,502	1,416
A5	30,8	300	3,5	5,535	1,933	1,424	1,359
A6	39,4	300	4,3	7,188	2,051	1,322	1,362
A7	12,5	250	2	7,707	1,677	1,354	1,403
A8	21,6	250	2,8	6,098	1,917	1,577	1,486
A9	16,8	250	2,4	6,636	2,048	1,641	1,525
A10	11,1	200	1,9	6,717	1,761	1,516	1,464
A11	15,4	200	2,3	7,699	1,872	1,495	1,403
A12	8,2	100	1,6	7,871	1,918	1,672	1,918
A13	10,1	100	1,8	7,096	1,681	1,673	1,472
A14	15,4	100	2,3	6,860	1,897	1,458	1,317
A16	14,4	25	2,2	7,954	1,779	1,425	1,401

Figura 4.94 Variação das intensidades das figuras de pólos correspondentes aos planos basais (0002), piramidais ($10\bar{1}1$) e prismáticos ($10\bar{1}0$) e ($11\bar{2}0$) para o material recebido e as amostras laminadas no segundo grupo.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste capítulo serão sintetizados os resultados e as conclusões obtidas nesta tese e considerados mais relevantes.

A caracterização microestrutural da liga de magnésio AZ31B, no estado como material recebido (na forma de chapa de 2mm), revelou uma microestrutura recristalizada, apresentando grãos finos com diâmetro médio em torno de 13 μm .

Pelas análises de dispersão de energia (EDS) e pela análise de difração de raios X foi detectada a presença de precipitados de Al_8Mn_5 , $\text{Mg}_{3,16}\text{Zn}_{1,84}$, $\text{Mg}_{0,97}\text{Zn}_{0,03}$ (com dimensões entre 3 μm e 10 μm) com variadas morfologias, dispersos e aglomerados na solução sólida matriz de magnésio. A partir do difratograma do material recebido revelou-se o valor da relação de c/a que corresponde a 1,624, valor próximo ao do magnésio puro. A alta intensidade do pico de difração que corresponde aos planos basais, já indicou que o material recebido apresentava textura cristalográfica ou orientação preferencial dos grãos. Com auxílio das figuras de pólos do material recebido, se constatou que as células cristalinas apresentaram seus eixos c alinhados com a direção normal à chapa, e em consequência os planos basais estavam posicionados de forma paralela à direção de laminação. A intensa textura basal também foi corroborada com a alta intensidade da figura de pólos do plano basal (0002).

Como a estrutura cristalina das ligas de magnésio apresenta baixa simetria e baixa energia de defeito de empilhamento, a deformabilidade a frio foi baixa, atingindo reduções próximas a 10% de redução de espessura como máximo. Isto se deveu principalmente ao insuficiente número de sistemas de deslizamento ativados, entretanto, a formação maclas de deformação prevaleceu transformando a orientação da estrutura cristalina com relação à orientação original e atuando como barreiras para propagação dos deslocamentos de planos, promovendo também com isso o endurecimento por deformação da liga.

O material recebido submetido a baixas temperaturas de recozimento de 100 °C e 200 °C desenvolveu os fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento dos grãos. A iteração deles resulta na rotação contínua e gradual da estrutura cristalina gerando com isso uma mudança de textura. Nas temperaturas mais elevadas de 300 e 400 °C, o crescimento dos grãos aconteceu de forma

heterogênea, influenciado pela presença dos precipitados de diferentes tamanhos espalhados na matriz e nos contornos dos grãos.

As laminações do primeiro grupo de amostras feitas em um só passe a uma velocidade periférica de laminação de (0,0754 m/s) e no sentido de laminação do material recebido, revelaram um forte efeito da temperatura de laminação na deformabilidade e mostraram que as deformações realizadas nas duas temperaturas mais baixas (28 °C e 100 °C) com taxas de deformação de $5,7s^{-1}$, a liga de magnésio AZ31B apresenta insuficiente deformabilidade e alta incidência de trincas facilitada pela distribuição heterogênea dos precipitados de maior tamanho ($>5\mu m$) e microcavidades na matriz. Entretanto, com o aumentando da temperatura de laminação (>200 °C), as reduções de espessura de 30% foram bem sucedidas e sem formação de trincas.

As laminações do segundo grupo, as quais foram feitas no sentido perpendicular à direção de laminação do material recebido e com menor velocidade de laminação (0,0565 m/s), revelaram que a redução da velocidade de laminação favoreceu as laminações em altas temperaturas devido à interação dos mecanismos de deformação plástica (ativação de sistemas adicionais de escorregamento) com os fenômenos de restauração estrutural (recuperação e recristalização). Entretanto, nas laminações a frio, não foi possível atingir porcentagens elevadas de redução devido à alta assimetria da estrutura e pela alta anisotropia da liga. Reduções máximas de 15% podem ser obtidas com sucesso na laminação a frio desde que o processo seja realizado em vários passes e com baixos graus de redução.

Com as laminações a frio e reduções de 10% foram obtidas um significativo refino dos grãos ($<10\mu m$) porque as maclas de deformação ganham preferência no mecanismo de deformação fazendo que seus contornos atuem como barreiras para propagação dos deslocamentos de planos.

Para obter o refinamento dos grãos nas laminações a quente é necessária a utilização de altos graus de deformação para assim promover maior quantidade de defeitos durante a deformação em temperaturas superiores a 190 °C e ao mesmo tempo a ocorrência simultânea da recristalização.

Com os tratamentos térmicos de recozimento isócronos do material recebido e das amostras deformadas, determinou-se que em temperatura de recozimento menor a 150 °C, prevalece a recuperação da microestrutura da liga deformada, nas

temperaturas de 200 a 250 °C, os fenômenos de recuperação, recristalização e crescimento de grão exagerado acontecem de forma simultânea, e em 300 e 400°C o crescimento exagerado dos grãos torna a distribuição de tamanho dos grãos bastante heterogênea, ficando os grãos maiores em média próximo de 30 µm e os menores próximos de 7 µm. Entretanto, cabe destacar que acima de 200°C aconteceu a interação dos mecanismos citados anteriormente acompanhados da precipitação de fases intermetálicas.

Os mecanismos de deformação a quente e os de restauração da estrutura após tratamentos de recozimento não estão bem definidos, entretanto, se confirma que os fatores apresentam maiores efeitos na deformação são a temperatura, o tamanho de grão e a distribuição dos precipitados.

Os aumentos dos valores de dureza Vickers obtidos após laminações a quente e dos tratamentos de recozimento confirmam a formação de precipitados de fase intermetálica $Mg_{17}Al_{12}$. Com auxílio das técnicas de condutividade elétrica, de microscopia e difração de raios X foi constatado que os precipitados foram parcialmente dissolvidos e redistribuídos no interior da matriz, afetando a mobilidade dos contornos dos grãos recristalizados.

A evolução da textura após deformação a frio e a morno não foi afetada pela taxa de deformação, as intensidades e figuras de pólos foram muito semelhantes nas características gerais para amostras deformadas em temperaturas menores que 200 °C, apesar de que algumas amostras mostraram ligeiras mudanças nas figuras de pólos, elas apresentaram magnitudes de intensidades superiores ou próximas às do material recebido. Entretanto, em temperaturas próximas a 300 °C e com menores taxas de deformação próximas a $3,5s^{-1}$ a intensa textura basal do material recebido enfraqueceu acentuadamente. Explicar claramente a interação dos mecanismos de deformação com os fenômenos de restauração e precipitação de modo que justifique o comportamento de endurecimento oscilatório do material após ser deformado não é uma tarefa simples.

Durante o processo de recristalização dinâmica, a formação de maclas e bandas de cisalhamento facilitaram o refinamento dos grãos e a reorientação dos mesmos, conseguindo de alguma forma enfraquecer a intensa textura basal do material recebido. A textura de deformação obtida com altas taxas de deformação, $5,7s^{-1}$ (primeiro grupo de laminações), tanto nas deformações a frio como a quente, apresentou a tendência de manter ou intensificar a textura basal do material

recebido, influenciada principalmente pela temperatura de deformação que afetou diretamente na formação de novos grãos, nos tamanhos dos grãos e na ativação do escorregamento dos planos não basais, intensificando com isso a rotação da estrutura de tal forma que os eixos c fiquem alinhados com a direção normal.

Como a textura inicial influencia de forma acentuada a deformabilidade da liga de magnésio AZ31B, uma textura aleatória é desejável para desenvolver processos de deformação bem sucedidos. Uma alternativa para enfraquecer a textura basal está associada com a formação de maclas e aumento da temperatura de deformação.

6. CONCLUSÕES

- A caracterização microestrutural do material recebido revelou uma microestrutura recristalizada com grãos finos com diâmetro médio em torno de 13 μm . Por meio das análises de dispersão de energia (EDS) e pela análise de difração de raios X foi detectada a presença de precipitados de Al_8Mn_5 , $\text{Mg}_{3,16}\text{Zn}_{1,84}$, $\text{Mg}_{0,97}\text{Zn}_{0,03}$ (com dimensões entre 3 μm e 10 μm) dispersos e aglomerados na solução sólida.
- As figuras de pólos do material recebido indicaram que as células cristalinas tinham seus eixos c alinhados com a direção normal à chapa, ficando em consequência os planos basais paralelos à direção de laminação.
- As laminações do primeiro grupo feitas com altas taxas de deformação de 5,7s⁻¹ revelaram uma forte influência da temperatura de laminação, mostrando insuficiente deformabilidade a frio com alta incidência de trincas facilitadas pelos precipitados de maior tamanho (>5 μm) e microcavidades. Entretanto, em temperaturas superiores a 200 °C, as reduções de espessura (30%) foram bem sucedidas, sem formação de trincas.
- A laminação a frio com redução de 10% e taxas de deformação 2,1s⁻¹ ocasionou o refino dos grãos (<10 μm) diminuindo a formação de maclas de deformação.
- O refino dos grãos nas laminações a quente (>190 °C) requer altos graus de deformação que gerem maior quantidade de defeitos e ao mesmo tempo a ocorrência da recristalização dinâmica.
- A textura de deformação não foi afetada significativamente pela taxa de deformação em temperaturas menores que 200 °C, suas figuras de pólos foram semelhantes nas características gerais. Entretanto, em 300 °C e com baixas taxas de deformação (3,5s⁻¹) a textura basal do material recebido enfraqueceu devido a interação dos mecanismos de deformação com os fenômenos de restauração.

7. Sugestões para trabalhos futuros.

Com base nos resultados obtidos ao longo do desenvolvimento do presente estudo, as seguintes linhas de pesquisa como oportunidades para trabalhos futuros podem ser sugeridas:

Com auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (Electron Back Scatter Diffraction; EBSD), acompanhar a evolução da textura cristalográfica para completar em um contexto amplo, tanto experimentalmente como teoricamente, a análise das texturas de deformação e de recristalização.

Com auxílio da técnica de microscopia eletrônica de transmissão acompanhar a evolução microestrutural das amostras, especialmente a distribuição das discordâncias.

Tentar estabelecer relações entre a anisotropia da difusividade (autodifusão e interdifusão) com os mecanismos de recristalização e com as texturas cristalográficas resultantes.

Estabelecer correlações quantitativas da microestrutura, especialmente do tamanho e da fração volumétrica de precipitados, com as propriedades mecânicas.

Tentar modificar as condições dos processamentos termomecânicos e combinar com tratamentos térmicos para aumentar a ductilidade da liga.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABBOTT, T.; EASTON, M.; SONG, W. **Mechanical behavior of cast magnesium alloys**. Materials Science - Forum Magnesium Alloys. v. 419, p.141-146, 2003.
2. ABEDI, H.; ZAREI-HANZAKI, A.; KHODDAM, S. **Effect of γ precipitates on the cavitation behavior of wrought AZ31 magnesium alloy**. [Materials & Design](#). v. 32, p. 2181–2190, 2011.
3. AGNEW S., DUYGULU O. **Plastic anisotropy and the role of non basal slip in magnesium alloy AZ31B**. International Journal of Plasticity. v. 21, p. 1161-1193, 2005.
4. AGNEW, S.; YOO, M.; TOMÉ, C. **Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of mg and solid solution alloys containing Li or Y**. Acta Materialia. v. 49, p. 4277–4289, 2001.
5. AGHION, E.; BRONFIN, B.; ELIEZER D. **The role of the magnesium industry in protecting the environment**. J Mater Process Technol. v.117, p. 381– 385, 2001.
6. ALLEN, R.; EAST, D.; JOHNSON, T.; BORBRIDGE, W.; LIANG, D. **Magnesium alloy sheet produced by twin roll casting**. Proceedings of magnesium technology 2001- The Minerals, Metals, and Materials Society. p. 75 - 79, 2001.
7. AL-SAMMAN, T.; GOTTSTEIN, G. **Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium**. Materials Science and Engineering A. v. 490, p. 411– 420, 2008.
8. AVEDESIAN, M.; BAKER, H. **Magnesium and magnesium alloys**. ASM Specialty Handbook. ASM International. Wiley –VCH. p. 194, 1999.
9. BACH, F.; RODMAN, M.; ROSSBERG, A.; HEPKE, M. **Magnesium sheet production today and tomorrow**. Proceedings of Magnesium Technology in the Global Age. Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum. p. 255 - 268, 2006.
10. BACKX, P.; BARNETT, M.; KESTENS, L. **Texture changes during uniaxial compression of Mg-3Al-1Zn**. Materials Science Forum. v. 467, p. 429 - 434, 2004.
11. BACKX, P; PETROV, R.; KESTENS, L. **Influence of annealing treatments on twins in magnesium alloy AZ31**. Advanced Materials Research, Trans Tech Publications: Materials Science Forum. v. 550, p. 375 - 380, 2007.
12. BARNETT, M.; BEER, A. **Nucleation of recrystallization in Mg alloys during and after hot working**. Materials Science Forum. v. 715, p. 96-101, 2012.

13. BARNETT, M.; KESHAVARZ, Z.; NAVE, M. **Microstructural features of rolled Mg-3Al-1Zn**. Metall Mater Trans A. Phys Metall Mater Sci. v. 36A. p. 1697 – 1704, 2005.
14. BARNETT, M.; GHADERI, A.; SABIROV, L.; HUTCHINSON, B. **Role of grain boundary sliding in the anisotropy of magnesium alloys**. Scripta Materialia. v. 61, p. 277 – 280, 2009.
15. BARNETT, M.; ATWELL, D.; BEER, A. **Effect of grain size on the deformation and dynamic recrystallization of Mg-3Al-1Zn**. Materials Science Forum. v. 467, p. 435 - 440, 2004.
16. BARRET, C. S.; MASSALSKI, T. B. **Structure of Metals: crystallographic methods, principles and data**. John Wiley & Sons, Inc. p. 654, 1966.
17. BEAUSIR, B.; SUWAS, S.; TOTH, L.; NEALE, K.; FUNDENBERGER, J. **Analysis of texture evolution in magnesium during equal channel angular extrusion**. Acta Materialia. v. 56, p. 2695 - 2705, 2007.
18. BRASZCZYŃSKA-MALIK K.N. & FROYEN L. Microstructure of AZ91 alloy deformed by equal channel angular pressing, Zeitschrift fuer Metallkunde, v. 96, Issue 8, p. 913-917, 2005.
19. BRENNAN, S.; BERMUDEZ, K.; KULKARNI, N.; SOHN, Y. **Interdiffusion in the Mg-Al system and intrinsic diffusion in Mg₂Al₃**. Metallurgical and materials transactions A. v. 43, p. 1248-1258, 2012.
20. BROOKS, C. **Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys**. American Society for Metals (ASM). Metals Park. Ohio, USA. p. 253 -274, 1982.
21. BÖTTGER B.; EIKEN J.; OHNO M.; KLAUS G.; FEHLBIER M.; SCHMID-FETZER R.; STEINBACH I.; BÜHRIG-POLACZEK A. **Controlling Microstructure in Magnesium Alloys: A Combined Thermodynamic, Experimental and Simulation Approach**. Advanced Engineering Materials v. 8, p. 241 - 247, 2005.
22. BURKE, E.; HIBBARD, W. **Plastic deformation of magnesium single crystals**. Transactions of AIME. v. 194, p. 295 – 303, 1952.
23. BUNGE. H. **Experimental techniques**. Quantitative Texture Analysis, Deutsche Ges. Metallkunde. p. 85-128, 1982.
24. BUNGE. H. **Texture analysis- A method of nondestructive characterization of materials**. Nondestructive Characterization of Materials- Proceedings of the 3rd International Symposium Saarbrücken. p. 252 - 266, 1989.
25. CHANG, L.L.; SHANG, E.F.; WANG, Y.N.; ZHAO, X.; QIA, M. **Texture and microstructure evolution in cold rolled AZ31 magnesium alloy**. Materials characterization. v. 60, p.487– 491, 2009.

26. CELOTTO S. **TEM study of continuous precipitation in Mg–9 wt%Al–1 wt%Zn alloy**, Acta Materialia, v. 48, Issue 8, p. 1775-1787, 2000.
27. CHAMOS, A.; PANTELAKIS, S.; HAIDEMENOPOULOS, G.; KAMOUTSI, E. **Tensile and fatigue behavior of wrought magnesium alloys AZ31 and AZ61**. Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures. v. 31, p. 812 – 821, 2008.
28. CHANGIZIAN, A.; HANZAKI, Z.; ABEDI, H. **On the recrystallization behavior of homogenized AZ81 magnesium alloy: The effect of mechanical twins and precipitates**. Materials Science & Engineering A. v. 558, p. 44 – 51, 2012.
29. CHAO, H.; SUN, H.; CHEN, W.; WANG, E. **Static recrystallization kinetics of a heavily cold drawn AZ31 magnesium alloy under annealing treatment**. [Materials Characterization](#). v. 32, p. 312 – 320, 2011.
30. CHEN, X.; XIAO, R.; SUN, C.; LIN, Z.; LIU, Q. **Grain Refinement of magnesium alloy AZ31 by repeated cold rolling and annealing**. Materials Science Forum. v. 686, p. 151 - 156, 2011.
31. CHIN, G.; MAMMEL, W. **Competition among basal, prism, and pyramidal slip modes in hcp metals**. Metallurgical Transactions B. v. 1, p. 357 – 361, 1970.
32. CHINO, Y.; KIMURA, K.; MABUCHI, M. **Twinning behavior and deformation mechanisms of extruded AZ31 Mg alloy**. Materials Science and Engineering A. v. 486, p. 481 – 488, 2008.
33. COELHO, R.; KOSTKA, A.; PINTO, H.; RIEKEHR, S.; KOÇAK, M.; PYZALLA, A. **Microstructure and residual stresses in dissimilar Mg-Al-Zn-alloy single overlap laser beam welds**. Materials Science Forum. v. 571, p. 361 - 366, 2008.
34. CULLITY, B.; STOCK, S. **Elements of X-Ray Diffraction**, Prentice Hall, 2001.
35. CHUNXIANG, X.; BINFENG L.; ZHENGLING L.; WEI L. **Grain refinement of AZ31 magnesium alloy by Al-Ti-C-Y master alloy**. Journal of rare earths. v. 26, p. 604 - 608, 2008.
36. DEL VALLE, J.; PÉREZ-PRADO, M.; RUANO, O. **Deformation mechanisms responsible for the high ductility in a Mg AZ31 alloy analyzed by electron backscattered diffraction**. Metallurgical and Materials Transactions A. v. 36, p.1427 - 1438, 2005.
37. DENKENA B.; WITTE F.; PODOLSKY C.; LUCAS A. **Degradable implants made of magnesium alloys**. Proceedings of Euspen International conference-Montpellier, 2005.

38. DULY, D.; AUDIER, M.; BRECHET, Y. **On the influence of plastic deformation on discontinuous precipitation in Mg-Al**. Scripta Metallurgica et Materialia. v.29, p. 1583 -1595, 1993.
39. EASTON, M.; BEER, A.; BARNETT, M.; DAVIES, C.; DUNLOP, G.; DURANDET, Y.; BLACKET, S.; HILDITCH,T.; BEGGS, P. Magnesium alloy applications in automotive structures JOM November, v. 60, p. 57-62, 2008.
40. ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to texture analysis. Macrotexture, microtexture and orientation mapping**. CRC Press. p. 388, 2009.
41. ERICKSON, S. **Magnesium (Mg), properties and selection; non ferrous alloys and special-purpose materials**. Metals Handbook: ASM International. v. 2, p. 1132 – 1135, 1990.
42. FATEMI-VARZANEH, S.; ZAREI-HANZAKI, A.; BELADI, H. **Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy**. Materials Science and Engineering: A. v. 456, p. 52 – 57, 2007.
43. FRANK C. **Heat treatment of magnesium alloys – Opportunities and limitations**. 65th Annual World Magnesium Conference p. 146-151, 2008.
44. FRIEDRICH, H. E.; MORDIKE, B. L. **Magnesium Technology- Metallurgy, Design Data**, Applications XXII, 677 p. 590 illus. (Eds.) 2006.
45. GALE, W.F., TOTEMEIER, T.C. (eds). **Smithells Metals Reference Book. 8th. Amsterdam: Elsevier, 2004.**
46. GRANATO A, LUCKE K. **Theory of mechanical damping due to dislocations**. Journal of Applied Physics. v. 27, p 583–593, 1956.
47. GIFKINS, R. C. **Ductility and strain-rate control mechanisms in superplasticity**. In: Scripta Metallurgica et Materialia. v. 25, p. 1397-1400, 1991.
48. GOTTSTEIN G.; AL-SAMMAN T. **Texture development in pure Mg and Mg alloy AZ31**. Materials Science Forum. v.495, p.623–632, 2005.
49. HORST E.; FRIEDRICH B.; MORDIKE L. **Magnesium technology: Metallurgy, design data, applications**. Magnesium Technology. p. 677, 2006.
50. HONEYCOMBE, R. **The plastic deformation of metals**. Second Edition. Edward Arnold. London: p. 496, 1984.
51. HUANG, C.; CHENG, C.; CHOU, C.; CHEN, F. **Hot Cracking in AZ31 and AZ61 Magnesium Alloy**. J. Mater. Sci. Technol. v. 7, p.633 – 640, 2011.
52. HUMPHREYS, F.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. Second Edition. p. 658, 2004.

53. HOUSH, S.; MIKUCKI, B. **Properties of magnesium alloys (Alloy AZ31B, AZ31C), properties and selection; non ferrous alloys and special-purpose materials.** Metals Handbook: ASM International. v. 2. p. 480 - 481, 1990.
54. ION, S.; HUMPHREYS, F.; WHITE, S. **Dynamic recrystallization and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium.** Acta Metallurgica. v. 30, p. 1982 – 1990, 1982.
55. JÄGER, A.; LUKÁČ, P.; GÄRTNEROVÁ, V.; HALODA, J. & DOPITA, M. **Influence of annealing on the microstructure of commercial Mg alloy AZ31 after mechanical forming.** Materials Science and Engineering A. v. 432, p. 20 - 25, 2006.
56. JIANG, L.; JONAS, J. **Effect of twinning on the flow behavior during strain path reversals in two Mg (+Al, Zn, Mn) alloys.** Scripta Materialia. v. 58, p. 803 – 806, 2008.
57. JIN, Q.; SHIM S.; LIM S. **Correlation of microstructural evolution and formation of basal texture in a coarse grained Mg–Al alloy during hot rolling.** Scripta Materialia. v. 55, p. 843 – 846, 2006.
58. JAIN, C.; BAI, C.; CHEN, S.; KOO, C. **The Microstructure and Mechanical Properties of AZ31-xRE Magnesium Alloys.** Materials Transaction. v. 48, p. 1149 – 1156, 2007.
59. KAIBYSHEV, R.; SITDIKOV, O. **Dynamic recrystallization of magnesium at ambient temperature.** Zeitschrift für Metallkunde. v.85, p. 738-743, 1994.
60. KAINER, K.; KAISER, F. **Magnesium alloys and technologies, Magnesium proceedings.** 7th International Conference on Magnesium. p 560, 2003.
61. KAKUTANI, E.; JOTOKU, M.; TSUBAKINO. **Deformation and corrosion behavior of a high purity manganese free AZ31 magnesium alloy.** Advanced Materials Research. v. 26, p. 1283 – 1286, 2007.
62. KASHYAP, K. T. **On the origin of recrystallization textures.** Bulletin of Material Sci. of Indian Academic Science. v.24, p. 23 – 26, 2001.
63. KAWALLA, R.; ULMANN, M.; SCHMIDT, C.; DEMBIHNSKA, J.; VOGT, H. **Properties of magnesium strips produced by Twin-Roll-Casting and hot rolling.** Materials Science Forum. v. 690, p. 57 - 60, 2011.
64. KIM, J.; OKAYASU, K.; FUKUTOMI, H. **Formation of texture in AZ80 during high temperature compression deformation.** Materials Science Forum. v. 715, p. 936-939, 2012.
65. KLEINER, S.; UGGOWITZER, P. **Mechanical anisotropy of extruded Mg - 6%Al - 1%Zn alloy.** Materials Science and Engineering A. v. 379, p. 258 – 263, 2004.

66. KOCKS, U.; TOMÉ, C.; WENK, H. **Texture and Anisotropy** 1st ed. Cambridge University Press. Cambridge. UK. p. 668, 1998.
67. KOIKE, J., KOBAYASHI, T. MUKAI, H. WATANABE, M. SUZUKI, K. MARUYAMA, K. **The activity of non-basal slip systems and dynamic recovery at room temperature in fine-grained AZ31B magnesium alloys.** Acta Materialia. v.51, p. 2055–2065, 2003.
68. KOIKE, J., OHYAMA, R., KOBAYASHI, T., SUZUKI M., MARUYAMA, K. **Grain-Boundary Sliding in AZ31 Magnesium Alloys at Room Temperature to 523K.** Materials Transactions, v. 44, p. 445 – 451, 2003.
69. LANGDON, T. G. **Grain boundary sliding as a deformation mechanism during creep.** Philosophical Magazine. v. 22, p. 689 – 700, 1970.
70. LASER, T.; NÜRNBERG M.; JANZ, A. HARTIG CH.; LETZIG, D. **The influence of manganese on the microstructure and mechanical properties of AZ31 gravity die cast alloys,** Acta Materialia. v.54, p. 3033–3041, 2006.
71. LETZIG, D.; SWIOSTEK, J.; BOHLEN, J.; BEAVEN P.; KAINER, K. **Wrought magnesium alloys for structural applications.** Materials Science and Technology. v. 24, p. 991-996, 2008.
72. LI, Z.; DONG, J.; ZENG, X.; LU, C.; DING, W. **Influence of Mg₁₇Al₁₂ intermetallic compounds on the hot extruded microstructures and mechanical properties of Mg–9Al–1Zn alloy.** [Materials Science and Engineering: A. v. 466](#), p. 134–139, 2007.
73. LI, P.; ZHANG, B.; CHEN, J.; TU, Y. **Microstructure and mechanical properties of AZ31B magnesium alloy sheets prepared by extruding and rolling.** Advanced Materials Research. v. 11, p. 653-656, 2006.
74. LI, H.; HSU, E.; SZPUNAR, E.; UTSUNOMIYA, H.; SAKAI, E. **Deformation mechanism and texture and microstructure evolution during high-speed rolling of AZ31B Mg sheets.** J Mater Sci. v. 43, p. 7148–7156, 2008.
75. LI, X., JIAO, F., AL-SAMMAN, T., CHOWDHURY S. G. **Influence of second-phase precipitates on the texture evolution of Mg–Al–Zn alloys during hot deformation.** Scripta Materialia. v. 66, p.159 – 162, 2012.
76. LIANG, W.; GRIGORETA, M.; STOICA, M.; HAO-HSIANG, L.; SEAN, R.; AGNEW, E.; PAYZANT, A.; WANG, G.; FIELDEN, D.; CHEN, L.; LIAW, P. **Fatigue-property enhancement of magnesium alloy, AB31B, through equal-channel-angular pressing.** Metallurgical And Materials Transactions A. v 38A, p. 2283-2289, 2007.
77. LIU: Y.Q. LIU, A. DAS, AND Z. FAN, **Thermodynamic Predictions of Mg-Al-M (Mg Zn, Mn, Si) Alloy Compositions Amenable to Semisolid Metal Processing,** Mater. Sci. Technol. 20, p 35-41, 2004.

78. LOU, X.; LI, M.; BOGER, R.; AGNEW, S.; WAGONER, R. **Hardening evolution of AZ31B Mg sheet**. International Journal of Plasticity, v.23, p. 44–86, 2007.
79. LÖW, M. **Determinação do estagio inicial da recristalização em ligas de alumínio por difração de raios-X**. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. 2000. p. 113.
80. MARTIN, E.; CAPULONGO, L.; JIANG L.; JONAS, J. J. **Evolution of Microstructure and Microtexture during the Hot Deformation of Mg -3% Al**. Acta Materialia. v. 58. p. 3970–3983, 2010.
81. MARYA, M.; HECTOR, L.; VERMA, R.; TONG, W. **Microstructural effects of AZ31 magnesium alloy on its tensile deformation and failure behaviors**. Materials Science and Engineering A. v. 418, p.341–356, 2006.
82. MORDIKE, B.; EBERT, T. **Magnesium properties-applications-potential**. Materials Science and Engineering A. v. 302, p. 37-45, 2001.
83. MASON, J.; SCHUH, C. **Hyperspherical harmonics for the representation of crystallographic texture**. Acta Materialia. v. 56, p. 6141-6155, 2008.
84. MASOUMI, M.; ZARANDI, F.; PEKGULERYUZ, M. **Microstructure and texture studies on twin-roll cast AZ31 (Mg-3wt%Al-1wt%Zn) alloy and the effect of thermomechanical processing**. Materials Science and Engineering. in press. v. 528, p. 1268 – 1279, 2010.
85. MASOUMI, M.; ZARANDI, F.; PEKGULERYUZ, M. **Alleviation of basal texture in twin roll cast Mg-3Al-1Zn alloy**. Scripta Materialia. v.62, p. 823 - 826, 2010.
86. MATSUKI, K., MORITA, H., YAMADA, M., MURAKAMI, Y. **Relative motion of grains during superplastic flow in an Al-9Zn-1 wt.Mg alloy**. Metal Science. v. 11, p. 156-163, 1977.
87. MYSHLYAEV, M. M., MCQUEEN, H. J., MWEMBELA, A., KONOPLEVA, E. **Twinning, dynamic recovery and recrystallization in hot worked Mg-Al-Zn alloy**. Materials Science and Engineering A. v.337, p. 121 - 133, 2002.
88. MRVAR, P.; TERČELJ, M.; KUGLER, G.; FAZARINC, M.; MEDVED, J. **Characterization of solidification and hot workability of MgAl6Mn foundry alloy**. RMZ - Materials and Geo-environment. v. 53. p. 175 - 192, 2006.
89. MU, S.; GOTTSTEIN, G.; JONAS, J. **Variant selection of primary, secondary and tertiary twins in a deformed Mg alloy**. Acta Materialia. v. 60, p. 2043 - 2053, 2012.
90. MU, S.; AL-SAMMAN, T.; MOHLES, V.; GOTTSTEIN, G. **Cluster type grain interaction model including twinning for texture prediction: Application to magnesium alloys**. Acta Materialia. v. 59, p. 6938–6948, 2011.

91. MUKHERJEE, A. K. **The rate controlling mechanism in superplasticity.** Materials Science and Engineering. v. 8. p. 83 - 89, 1971.
92. NEIL, C.; AGNEW, S. **Crystal plasticity-based forming limit prediction for non-cubic metals: Application to Mg alloy AZ31B.** International Journal of Plasticity. v. 25. p.379 – 398, 2009.
93. NIE J. **Effects of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys,** Scripta Materialia, v. 48, Issue 8, p. 1009-1015, 2003.
94. OHNO, M.; MIRKOVIC, D.; SCHMID-FETZER, R. **Phase equilibrium and solidification of Mg-rich Mg-Al-Zn alloys.** Materials Science and Engineering A. v. 421, p. 328–337, 2006.
95. PADILHA, A.; SICILIANO, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão.** Terceira Ed. ABM. p 232, 2005.
96. PAIVA-SANTOS, C. O. **Aplicações do método de Rietveld.** UNESP- Instituto de Química, 2009.
(http://labcacc3.iq.unesp.br/PDF/Aplicacoes_do_Metodo_de_Rietveld.pdf.)
97. PANTELAKIS, S.; ALEXOPOULOS, N.; CHAMOS, A. **Mechanical performance evaluation of cast magnesium alloys for automotive and aeronautical applications.** Journal of Engineering Materials and Technology. v.129, p. 422-430, 2007.
98. PARK, J.; CHAN Y. **The Effect of Alloying Elements on the c/a Ratio of Magnesium Binary Alloys.** Advanced Materials Research. v. 26, p. 95-98, 2007.
99. PEREZ-PRADO, M.; RUANO, O. **Texture evolution during annealing of magnesium AZ31 alloy.** Scr Mater. v. 46, p.149–155, 2002.
100. PEREZ-PRADO, M. T., DEL VALLE, J. A., RUANO, O. A. **Effect of sheet thickness on the microstructural evolution of an Mg AZ61 alloy during large strain hot rolling.** Scripta Materialia. v. 50, p. 667-671, 2004.
101. PILLING, J AND N. RIDLEY. **Superplasticity in Crystalline Solids.** The Institute of Metals, London. p 214, 1989.
102. POSS, R. **Sheet metal production of magnesium.** Materials Science Forum. v. 419, p. 327-336, 2003.
103. RANDLE, V.; ENGLER, O. **Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture & Orientation Mapping.** Gordon and Breach Science Publishers. 1st ed. Amsterdam: p. 388, 2000.

104. RAGHAVAN, V. **Al-Mg-Zn (Aluminum-Magnesium-Zinc): Phase diagram evaluations: section II**, Journal of Phase Equilibria and Diffusion. v. 28, p.203-208, 2007.
105. ROSALIE, J.; SOMEKAWA, H.; SINGH, A.; MUKAI, T. **The effect of size and distribution of rod-shaped β' precipitates on the strength and ductility of a Mg-Zn alloy**. Materials Science and Engineering A. v. 539, p.230-247, 2012.
106. ROSKILL REPORTS. **Minor & Light Metals/ The Economics of Magnesium Metal**. Tenth Edition. 2008. (www.roskill.co.uk).
107. SAKAI, T.; WATANABE, Y.; UTSUNOMIYA, H. **Microstructure and texture of AZ80 magnesium alloy sheet rolled by high speed warm rolling**. Materials Science Forum Trans Tech Publications. v. 618, p. 483-486, 2009.
108. SAKAI, T.; UTSUNOMIYA, H.; KOH, H.; MINAMIGUCHI, S. **Texture of AZ31 Magnesium Alloy Sheet Heavily Rolled by High Speed Warm Rolling**. Materials Science Forum. Trans Tech Publications. v. 539, p. 3359-3364, 2007.
109. SANJARI, M.; FARZADFAR, S.; UTSUNOMIYA, H.; SAKAI, T.; ESSADIQI, E.; YUE, S. **High speed rolling of Mg - 3Al - 1Zn alloy: texture and microstructure analysis**. [Materials Science and Technology](#). V. 28, p. 928 -933, 2012.
110. SENN, J.; AGNEW, S. **Texture randomization of magnesium alloys containing rare earth elements**. Proceedings of Magnesium Technology 2008. The Minerals, Metals, and Materials Society. p. 153-158, 2008.
111. SEREBRYANY V.; POZDNYAKOVA N. **Evaluation of the Normal Anisotropy Coefficient in AZ31 Alloy Sheets**. Russian Metallurgy (Metally), v. 2009, p. 58–64, 2009.
112. SHEWMON, P., Diffusion in Solids, 2nd ed., TMS, Warrendale, PA. p. 246, 1989.
113. SCHUMANN, S.; FRIEDRICH, H. **The route from the potential of magnesium to increased application in cars**. 60th Annual World Magnesium Conference. Stuttgart. v. 419, p. 51-56, 2003.
114. SCHMID-FETZER, R.; JANZ, A.; GROBNER, J.; OHNO, M. **Aspect of Quality Assurance in a thermodynamic Mg Alloy Database**. Advanced Engineering materials. v. 7, p. 1042-1049, 2005.
115. SITDIKOV, O.; KAIBYSHEV, R. **Dynamic recrystallization in pure magnesium**. [Materials Transactions](#). v. 42, p. 1928-1937, 2001.
116. SITDIKOV, O., KAIBYSHEV, R., SAKAI, T. **Dynamic recrystallization based on twinning in coarse-grained Mg**. Materials Science Forum. v.419, p. 521 - 526, 2003.

117. SHA, M.; SHI, G.; WANG, Y.; QIAO, J. **Paint-bake response of AZ80 and AZ31 Mg alloys**. Trans. Nonferrous Met. Soc. v. 20, p. 571-575, 2010.
118. STÜWE H. P., FAUSTMANN, J. **Introducción a las texturas de los materiales metálicos**. Colección de estudios técnicos v. 9, Montecorvo, p 280 (1969).
119. SU, C.; LU, L.; LAI, M. **Recrystallization and grain growth of deformed magnesium alloy**. Philosophical Magazine. v. 88, p. 181-200, 2008.
120. SUWAS, S., GURAO, N. P. **Crystallographic texture**. Materials Journal of the Indian Institute of Science. v. 88, p151-177, 2008.
121. STANFORD, N.; SOTOUDEH, P. **Bate Deformation mechanisms and plastic anisotropy in magnesium alloy AZ31**. Acta Materialia. v. 59. p. 4866–4874, 2011.
122. STYCZYNSKI A.; HARTIG C.; BOHLEN J.; LETZIG D. **Cold rolling textures in AZ31 wrought magnesium alloy**. Scr Mater. v. 50, p.943–947, 2004.
123. TAN, J.; TAN, M. **Dynamic continuous recrystallization characteristics in two stage deformation of Mg–3Al–1Zn alloy sheet** [Materials Science and Engineering: A. v. 339](#), p. 124–132, 2003.
124. THORNBURG, D.; PIEHLER, H. **An analysis of constrained deformation by slip and twinning in hexagonal close packed metals and alloys**. Metallurgical and Materials Transactions A. v. 6, p.1511-1523, 1975.
125. TONDA H.; ANDO S. **Effect of temperature and shear direction on yield stress by {11–22}b–1–123 N slip in HCP metals**. Metall Mater Trans, A Phys Metall Mater Sci.,v.33. p. 831–836, 2002.
126. UTSUNOMIYA, H.; IZUMI, K.; SAKAI, T.; MUKAI, T. **Grain refinement of magnesium alloy sheets by ARB using high-speed rolling Mill**. Journal of Physics. Conference Series. v. 165, p. 1028-1035, 2009.
127. WAN, D.; WANG, J.; WANG, G.; LIN, L.; FENG, Z.; YANG, G. **Precipitation and responding damping behavior of heat-treated AZ31 magnesium alloy**. Acta Metall. v. 22, p. 1-6, 2009.
128. WANG, M.; ZONG, B.; WANG, G. **A Phase-field model to simulate recrystallization in an AZ31 Mg Alloy in comparison of experimental data**. J. Mater. Sci. Technol. v.24, p. 829-834, 2008.
129. WANG L.; SONG M.; LIU R. **Superplasticity and superplastic instability of AZ31B magnesium alloy sheet**. Trans. Nonferrous Met. Soc. v.16, p. 327-332, 2006.
130. WANG Y.; HUANG J. C. **Texture analysis in hexagonal materials**. Mater Chem Phys. v. 81, p. 11–26, 2003.

131. WATAN, H.; DEVEY, K.; RASGADO, M. T.; HAGA, T.; IZAWA, S. **Semi-solid manufacturing process of magnesium alloys by twin-roll-casting.** Journal of Materials Processing Technology. v. 155, p. 1662-1667, 2004.
132. WATANABE, H.; TSUTSUI, H.; MUKAI, T.; ISHIKAWA, K.; OKANDA, Y.; KOHZU, M.; HIGASHI, K. **Grain size control of commercial wrought Mg-Al-Zn alloys utilizing dynamic recrystallization.** Materials Transactions. v.42, p. 1200-1205, 2001.
133. WATARI H.; PAISARN R.; HAGA T.; NODA K.; DAVEY K.; KOGA N. **Development of manufacturing process of wrought magnesium alloy sheets by twin roll casting.** Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. v. 20, p. 515-518, 2007.
134. WONSIEWICZ, B. C.; BACKOFEN, W. A. **Plasticity of magnesium crystals.** Trans. TMS-AIME. v. 239, p. 1422-1431, 1967.
135. XIEL, Q.; YANG, P.; MENG, L.; CUIL, F. **Influence of Deformation on Precipitation and Recrystallization in an AZ80 Magnesium Alloy.** Materials Science Forum. v. 546, p. 293-296, 2007.
136. XIAO, L.; LIU, R.; ZHOU, Y.; ESMAEILI, S. **Dependence of microstructures on second-phase particles in resistance spot welds of AZ31 magnesium alloys,** Metallurgical and Materials Transactions A, v.41A p. 1511-1522, 2010.
137. YAMAMOTO, A.; TSUKAHARA, Y.; FUKUMOTO, S. **Effects of wavy roll-forming on textures in AZ31B magnesium alloy.** Materials transactions v. 49, p.995-999, 2008.
138. YANG, H.; YIN, S.; HUANG, C.; ZHANG, Z.; WU, S.; LI, S.; LIU, Y. **EBSDBSD study on deformation twinning in AZ31 magnesium alloy during quasi-in-situ compression.** Advanced Engineering Materials. v. 10, p. 955-960, 2008.
139. YANG, Q.; GHOSH, A. K. **Formability of ultrafine-Grain Mg Alloy AZ31B at warm temperatures.** The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International. v. 39 A. p. 2781-2795, 2008.
140. YANG, X.; ZHU, Y.; MIURA, H.; SAKAI, T. **Static recrystallization behavior of hot-deformed magnesium alloy AZ31 during isothermal annealing.** [Transactions of Nonferrous Metals Society of China](#). v 20, p. 1269–1274, 2010.
141. YANG, X.; OKABE, Y.; MIURA, H.; SAKAI, T. **Effect of prior strain on continuous recrystallization in AZ31 magnesium alloy after hot deformation.** Materials Science & Engineering A. v. 535, p. 209-215, 2012.
142. YANG, X.; JI, Z.; MIURA, H.; SAKAI, T. **Dynamic recrystallization and texture development during hot deformation of magnesium alloy AZ31.** [Transactions of Nonferrous Metals Society of China](#). v.19, p. 55–60, 2009.

143. YI, S.; ZAEFFERER, S.; BROKMEIER, H. **Mechanical behavior and microstructural evolution of magnesium alloy AZ31 in tension at different temperatures.** Materials Science and Engineering A. v. 424, p. 275-281, 2006.
144. YOO, M.; MORRIS, J.; HO, K.; AGNEW, S. **Non-basal deformation modes of HCP metals and alloys: role of dislocation source and mobility.** Metallurgical and Materials Transactions A, v. 33 A, p. 813-820, 2002.
145. YUAN C.; SHANGQI Z.; DING, P. **Current developments in preparation techniques of mg-base hydrogen storage: college of materials science and engineering alloys.** Materials Review. v. 10, p. 454- 462, 2003.
146. YUKUTAKE, E.; KANEKO, J.; SUGAMATA, M. **Anisotropy and Non-Uniformity in Plastic Behavior of AZ31 Magnesium Alloy Plates.** Materials Transactions. v. 44, p. 452- 457, 2003.
147. ZARANDI, F.; VERMA, R.; YUE, S.; ESSADIQI, E. **Microstructure evolution during Rolling of AZ31 magnesium alloy under decreasing temperature.** Proceedings of magnesium technology. The Minerals, Metals, and Materials Society. p. 75-80, 2007.
148. ZHANG, Z.; COUTURE, A.; LUO, A. **An investigation of the properties of Mg-Zn-Al alloys.** Scripta Mater. v. 39. p.45–53, 1998.
149. ZHANG L.; CAO, Z.; LIU Y.; SU G.; CHENG, L. **Effect of Al content on the microstructures and mechanical properties of Mg–Al alloys.** Materials Science and Engineering. v. 508 A, p. 129–133, 2009.
150. ZHANG D.; DAI Q.; FANG L.; XU X. **Prediction of edge cracks and plastic-damage analysis of Mg alloy sheet in Rolling.** Trans. nonferrous Met. Soc. v. 21, p.1112 - 1117, 2011.
151. ZHANG Z., ZENG X., DING W. **The influence of heat treatment on damping response of AZ91D magnesium alloy.** Materials Science and Engineering A, v. 392, p. 150–155, 2005.

Anexo 1

1 Cálculo das velocidades de laminação

A velocidade periférica de laminação foi obtida com a seguinte equação:

$$V_{periférica} = \pi D \frac{N}{60} = \left[\frac{m}{s} \right]$$

Onde:

π : 3,14159

D: Diâmetro do laminador

N: Velocidade de rotação dos cilindros de laminação em rpm

Dados dos laminadores	Laminador do primeiro grupo	Laminador do segundo grupo
Diâmetro do laminador (mm)	72	108
Velocidade do cilindro de laminação (rpm)	20	10
Velocidade periférica de laminação (m/s)	0,0754	0,0565

O primeiro laminador apresenta uma velocidade periférica de laminação de 33% maior que o primeiro laminador.

Dimensões de comprimento, largura e espessura das peças laminadas com o primeiro laminador:

Temperatura de laminação °C	Comprimento		Espessura		Largura	
	Final mm	inicial mm	Final mm	inicial mm	Final mm	inicial mm
28	-	-	-	-	-	-
100	81,0	58,4	1,5	2,1	9,6	8,0
200	82,3	59,6	1,5	2,1	10,8	9,2
250	81,6	58,6	1,5	2,1	10,2	9,1

2 Cálculo da taxa de deformação

A taxa de deformação foi obtida por meio da seguinte equação:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = V_{\text{perif}} * \sqrt{\frac{2}{D * (h_o - h_i)}} * \varepsilon$$

Onde:

V_{perif} : velocidade periférica de laminação

D: Diâmetro do laminador

($h_o - h_i$): redução da espessura do material

ε : deformação verdadeira obtida de $\boxed{\varepsilon = \ln(h_o/h_i)}$

2.1 Taxa de deformação utilizada no laminador do primeiro grupo

Como as reduções foram constantes (30%) nas laminações do primeiro grupo, o valor da taxa de laminação é constante para o grupo todo.

Velocidade $_{\text{perif}} = 0,07536 \text{ m/s}$

h_o : espessura inicial= 2,08 mm

h_i : espessura final = 1,45 mm

A taxa de deformação obtida com as laminações do **primeiro grupo** corresponde ao seguinte valor: **$5,7\text{s}^{-1}$**

2.2 Taxas de deformação utilizada no laminador do segundo grupo

No segundo grupo, cada porcentagem de redução apresenta uma determinada taxa de deformação.

	ho=	2,08	mm		
	D=	108	mm		
	Velocidade perif =	0,05652	(m/s)		
	Redução %	T oC	hi mm	ϵ ln(ho/hi)	d ϵ /dt s ⁻¹
A1	8,2	25	1,9	0,09	1,6
A2	13,0	25	1,8	0,14	2,1
A3	20,0	25	—		
A4	20,7	300	1,7	0,23	2,7
A5	30,8	300	1,4	0,37	3,5
A6	39,4	300	1,3	0,50	4,3
A7	12,5	250	1,8	0,13	2,0
A8	21,6	250	1,6	0,24	2,8
A9	16,8	250	1,7	0,18	2,4
A10	11,1	200	1,9	0,12	1,9
A11	15,4	200	1,8	0,17	2,3
A12	8,2	100	1,9	0,09	1,6
A13	10,1	100	1,9	0,11	1,8
A14	15,4	100	1,8	0,17	2,3
A15	5,3	25	2,0	0,05	1,3
A16	14,4	25	1,8	0,16	2,2

3 Cálculo da força aplicada

Com o registro digital da carga aplicada durante a laminação do segundo grupo se consegue determinar a tensão aplicada em cada laminação, utilizando as seguintes equações:

$$\sigma = \frac{F}{A_{\text{contacto}}}$$

Onde:

F: Força aplicada em N

A_{contacto}: Área de contacto, calculado de: $A_{\text{Contacto}} = l_0 * \text{Arco}$

L: Largura inicial do material laminado

Arco: Arco de contacto, calculado de: $\text{Arco} = \sqrt{R * (h_0 - h_i)}$

R: Radio do laminador

(h₀-h_i): redução da espessura do material

h₀ = 2,08 mm D = 108 mm

Velocidade periférica: 0,0565 m/s

Unidades de conversão:

$$1\text{ lbf} = 4.45 \text{ N}$$

$$1\text{ Mpa} = 10^6 \text{ N/m}^2$$

Tabela 1A.1 Tabela de dados das amostras laminadas no segundo laminador

			comprimento		Largura						Área de	
	Redução	T	h _f	Co	C _f	l _o	l _f	tensão	tensão	Arco	contacto	σ
	%	oC	mm	mm	mm	mm	mm	lbf	N	mm	mm ²	Mpa
A1	8,2	25	1,91	50,15	54,39	9,42	9,60	1388	6176,6	3,03	28,54	216,41
A2	13,0	25	1,81	50,64	57,52	9,36	9,98	1608	7155,6	3,82	35,74	200,21
A3		25										
A4	20,7	300	1,65	50,55	60,30	9,20	9,69	1753	7800,9	4,82	44,33	175,96
A5	30,8	300	1,44	50,83	71,70	9,19	9,64	2224	9896,8	5,88	54,03	183,19
A6	39,4	300	1,26	49,23	73,68	9,45	11,91	3285	14618,3	6,65	62,88	232,47
A7	12,5	250	1,82	44,14	49,37	8,90	9,19	1405	6252,3	3,75	33,35	187,48
A8	21,6	250	1,63	49,74	61,65	9,25	9,86	2227	9910,2	4,93	45,60	217,34
A9	16,8	250	1,73	50,89	59,57	8,91	9,36	1600	7120,0	4,35	38,74	183,81
A10	11,1	200	1,85	49,37	54,77	8,92	9,25	1339	5958,6	3,52	31,44	189,55
A11	15,4	200	1,76	50,01	57,47	9,19	9,93	1544	6870,8	4,16	38,20	179,85
A12	8,2	100	1,91	49,25	52,50	9,17	9,87	1334	5936,3	3,03	27,78	213,66
A13	10,1	100	1,87	49,39	54,56	10,39	10,68	1812	8063,4	3,37	34,99	230,46
A14	15,4	100	1,76	49,92	58,35	11,20	11,75	2228	9914,6	4,16	46,56	212,95
A15	5,3	25	1,97	50,95	53,26	9,79	9,97	972	4325,4	2,44	23,86	181,28
A16	14,4	25	1,78	62,50	71,48	9,77	9,95	1364	6069,8	4,02	39,32	154,36

4 Cálculo aproximado da anisotropia normal (r)

Em amostras delgadas laminadas com pequenas taxas de deformação, o parâmetro de anisotropia normal pode ser calculado considerando a variação de volume constante (V):

$$DV/V = \varepsilon_w + \varepsilon_t + \varepsilon_l = 0$$

Onde:

ε_w : Deformação na largura: $\ln(l_o/l_i)$

ε_t : Deformação na espessura: $\ln(h_o/h_i)$

ε_l : Deformação no comprimento: $\ln(c_o/c_i)$

Nesse sentido, o valor da anisotropia planar pode ser aproximado por meio da seguinte equação:

$$r = -\frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_w + \varepsilon_l} = \frac{\ln(w_o / w_f)}{\ln(l_f w_f / l_o w_o)}$$

Os valores da anisotropia normal calculados para as amostras laminadas com uma taxa de deformação de $5,7 \text{ s}^{-1}$ no primeiro laminador que opera a 20 rpm são apresentados na tabela 1A.2.

Tabela 1A.2 Valores da anisotropia normal das amostras reduzidas (30%) no primeiro laminador

20 rpm e $5,7 \text{ s}^{-1}$	
Temperatura de laminação °C	Anisotropia Normal (r)
28	-
100	5,49
200	4,25
250	3,74

Tabela 1A.3 Valores da anisotropia normal das amostras reduzidas (30%) no primeiro laminador

	Redução	ε	T	Espessura	comprimento		Largura		Anisotropia
	%		oC	final	inicial	Final	inicial	Final	Normal
				mm	mm	mm	mm	mm	(r)
A1	8,7	0,09	25	1,91	50,15	54,39	9,42	9,60	4,61
A2	13,0	0,14	25	1,81	50,64	57,52	9,36	9,98	5,51
A3	20,0		25						
A4	20,7	0,23	300	1,65	50,55	60,30	9,20	9,69	0,94
A5	30,8	0,37	300	1,44	50,83	71,70	9,19	9,64	2,02
A6	39,4	0,50	300	1,26	49,23	73,68	9,45	11,91	2,36
A7	12,5	0,13	250	1,82	44,14	49,37	8,90	9,19	1,49
A8	21,6	0,24	250	1,63	49,74	61,65	9,25	9,86	2,19
A9	16,8	0,18	250	1,73	50,89	59,57	8,91	9,36	1,84
A10	11,1	0,12	200	1,85	49,37	54,77	8,92	9,25	2,71
A11	15,4	0,17	200	1,76	50,01	57,47	9,19	9,93	2,76
A12	8,2	0,09	100	1,91	49,25	52,50	9,17	9,87	3,44
A13	10,1	0,11	100	1,87	49,39	54,56	10,39	10,68	4,00
A14	15,4	0,17	100	1,76	49,92	58,35	11,20	11,75	4,35
A15	5,3	0,05	25	1,97	50,95	53,26	9,79	9,97	1,82
A16	14,4	0,16	25	1,78	62,50	71,48	9,77	9,95	0,85

Tabela 1A.4 Valores da dureza Vickers das amostras laminadas no segundo grupo.

Dados das amostras laminadas					Temperaturas de recozimentos isócronos							
Amostra	Temperatura de laminação oC	Porcentagem de redução %	Dureza de Vickers		150 C		200 C		250 C		300 C	
			[kg/mm ²]	Desv padrão	Dureza Vickers [kg/mm ²]	Desv padrão -	Dureza Vickers [kg/mm ²]	Desv padrão -	Dureza Vickers [kg/mm ²]	Desv padrão -	Dureza Vickers [kg/mm ²]	Desv padrão -
Recebido	25	0	49,7	1,1	56,2	0,8	58,8	1,6	55,6	0,6	51,1	1,6
A15	25	5	73,4	3,3	57,2	1,7	60,0	1,2	48,0	1,0	49,5	1,2
A1	25	8	73,7	1,1	62,9	1,1	57,7	1,1	52,0	1,2	54,7	1,1
A2	25	13	72,2	1,4	66,2	1,3	63,2	1,8	65,6	1,9	46,7	1,4
A3	25	20	73,6	5,1								
A4	300	21	74,2	1,2	65,8	0,7	63,5	1,0	56,1	0,8	52,6	1,5
A5	300	31	81,1	1,6	63,6	0,9	63,2	0,9	57,5	1,0	56,3	1,3
A6	300	39	84,7	6,3	69,0	1,2	62,7	0,5	54,3	1,9	57,1	1,5
A7	250	13	72,4	1,4	64,3	0,9	63,7	1,4	49,9	1,3	50,3	1,2
A8	250	22	72,5	2,2	65,2	1,3	59,0	0,8	56,5	1,0	48,3	1,3
A9	250	17	73,2	0,9	68,2	1,8	60,6	1,8	56,4	0,6	56,0	1,5
A10	200	11	69,0	2,4	59,2	1,0	59,8	1,5	58,5	1,5	57,8	1,2
A11	200	15	71,5	2,9	65,3	1,1	59,6	1,7	54,8	1,2	51,7	1,3
A12	100	8	69,8	4,2	58,3	2,0	60,8	0,9	55,0	0,9	54,6	1,6
A13	100	10	63,8	2,8	65,5	1,1	63,3	1,5	54,9	1,3	51,9	0,9
A14	100	15	70,1	3,1	66,8	1,4	60,5	1,0	56,6	0,8	52,4	1,3
A16	25	14	50,6	2,2	64,7	1,3	55,9	1,1	55,3	1,3	50,9	1,2

ANEXO 2

Ficha do magnésio**Card Information**

Names: Magnesium
Formula: Mg
PDF Number: 89-4894
Quality: calculated
Subfiles: inorganic alloy FIZ

Cell and Symmetry Information

System:	hexagonal	Space Group:	P63/mmc (no. 194)
a:	3.2094	c:	5.2103
Density (Dm):	1.730	Density (Dx):	1.737
		Z:	2

Instrument Information

Radiation:	CuK α 1	Wavelength:	1.54060
Instrument(d):	calculated	Cut Off:	17.7
Instrument(l):	calculated	I type:	peak heights
l/lcor:	3.85		

Comments and Additional Information

ICSD Number: 076145
RM REM TEM 298.
RM REM M PDF 35-821.
TT No R value given.
TT At least one TF missing.
Pattern: See PDF 89-4244 and 89-7195.
TI Standard X-ray diffraction powder patterns I

Literature References

General: *Calculated from ICSD using POWD-12++* ()
Structure: Swanson, H.E., Tatge, E. *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539* **359**
 I1 (1953)

~

Peak Data

PeakList

h	k	l	d	I
1	0	0	2.7794	252
0	0	2	2.6051	273
1	0	1	2.4523	999
1	0	2	1.9007	136
1	1	0	1.6047	138
1	0	3	1.4729	143
2	0	0	1.3897	18
1	1	2	1.3663	135
2	0	1	1.3428	94
0	0	4	1.3026	18
2	0	2	1.2262	20
1	0	4	1.1795	17

Ficha do composto Mg_{0.97} Zn_{0.03}

Card Information

Names: Magnesium Zinc
Formula: Mg_{0.97} Zn_{0.03}
PDF Number: 65-4596
Quality: calculated
Subfiles: inorganic alloy NST

Cell and Symmetry Information

System: hexagonal **Space Group:** P63/mmc (no. 194)
a: 3.18900 **c:** 5.17900
Z: 2

Instrument Information

Radiation: CuKα1 **Wavelength:** 1.54060
Instrument(d): calculated
Instrument(l): calculated **I type:** peak heights
l/cor: 4.01

Comments and Additional Information

MC A 38900 47972 0
Temperature factor: TF was not given, B set to 1.000 for calc.
RM Solute Mg_{1-x}Zn_x, x=0-0.03, a=0.3200-0.3189 nm, c=0.5200-0.5179 nm.
TI Mischkristallbildung in binären metallischen Legierungen

Literature References

General: Calculated from NIST using POWD-12++ ()
Structure: Loehberg, K. Z. Metallkd. **40** 68 (1949)

Peak Data

PeakList

h	k	l	d	I
1	0	0	2.7617	246
0	0	2	2.5895	266
1	0	1	2.4369	999
1	0	2	1.8890	134
1	1	0	1.5945	141
1	0	3	1.4639	147
2	0	0	1.3809	18
1	1	2	1.3577	134
2	0	1	1.3343	95
0	0	4	1.2947	18
2	0	2	1.2185	21
1	0	4	1.1723	17
2	0	3	1.0783	34
2	1	0	1.0438	10
2	1	1	1.0233	54
1	1	4	1.0051	34
1	0	5	0.9698	21
2	1	2	0.9681	15
2	0	4	0.9445	7
3	0	0	0.9206	12
3	0	1	0.9064	1
2	1	3	0.8932	33
3	0	2	0.8674	20
0	0	6	0.8632	3
2	0	5	0.8286	13
1	0	6	0.8239	4
2	1	4	0.8126	9
3	0	3	0.8126	9

Ficha do composto Al_{3.16}Mg_{1.84}**Card Information**

Names: Aluminum Magnesium
Formula: Al_{3.16} Mg_{1.84}
PDF Number: 65-6848
Quality: calculated
Subfiles: inorganic alloy NST

Cell and Symmetry Information

System: cubic **Space Group:** Fm-3m (no. 225)
a: 4.21550
Z: 0.8

Instrument Information

Radiation: CuKα1 **Wavelength:** 1.54060
Instrument(d): calculated
Instrument(l): calculated **I type:** peak heights
I/l_{cor}: 4.13

Comments and Additional Information

MC L 3833 13463 03
Temperature factor: TF was not given, B set to 1.000 for calc.
Preparation: The alloys were prepared by induction melting in crucibles under an argon atmosphere.
RM metastable phase. sample composition is Al_{3.16}Mg_{1.84}.
TI Metastable Solid Solutions in Aluminum-Magnesium Alloys

Literature References

General: *Calculated from NIST using POWD-12++* ()
Structure: Luo, H. L., Chao, C. C., Duwez, P. *Trans. Met. Soc. AIME* **230** 1488 (1964)

Peak Data

PeakList

h	k	l	d	I
1	1	1	2.4338	999
2	0	0	2.1077	450
2	2	0	1.4904	244
3	1	1	1.2710	233
2	2	2	1.2169	65
4	0	0	1.0539	25
3	3	1	0.9671	72
4	2	0	0.9426	65
4	2	2	0.8605	50
5	1	1	0.8113	59

Ficha do composto Al₈Mn₅

Card Information

Names: Aluminum Manganese
Formula: Al₈Mn₅
PDF Number: 49-1279
Quality: unknown
Subfiles: inorganic alloy

Cell and Symmetry Information

System: cubic **Space Group:** I-43m (no. 217)
a: 9.012
Z: 4

Instrument Information

Radiation: CuK α **Wavelength:** 1.5418
Instrument(d): diffractometer
Instrument(l): diffractometer **I type:** unknown

Comments and Additional Information

Preparation: Galvanostatically electrodeposited onto Cu-substrates at 150 C. Electrolyte was 2:1 mole ratio Al Cl₃:Na Cl plus 2.4-3.0 wt.% Mn Cl₂. See reference for details.
General: Strong texture.

Literature References

General: Grushko, B., Stafford, G. *Scripta Metall. Mater.* **23** 557 (1989)
Contributed: Grushko, B., Germany. *Private Communication* (1995)

Peak Data

PeakList

h	k	l	d	I
3	3	0	2.1250	100
6	0	0	1.5030	7
4	4	4	1.3000	1
6	3	3	1.2270	9
7	4	1	1.1050	1
6	6	0	1.0640	2
9	3	0	0.9520	1
-	-	-	0.8040	2

Ficha do composto Al_{0.58}Mg_{0.42}**Card Information**

Names: Aluminum Magnesium
Formula: Al_{0.58} Mg_{0.42}
PDF Number: 44-1154
Quality: unknown
Subfiles: inorganic alloy

Cell and Symmetry Information

System: hexagonal **Space Group:** P63/mmc (no. 194)
a: 7.65 **c:** 19.85
Z: 52

Instrument Information

Radiation: CoKa **Wavelength:** 1.7902
Instrument(d): diffractometer **Standard:** Si
Instrument(l): diffractometer **I type:** unknown

Comments and Additional Information

Preparation: Prepared by melting the elements in an alumina crucible under argon, then rapidly solidifying by chill casting and forming into a ribbon using the single roller method.
General: Phase X.
General: Metastable phase.
General: Space group and indexing assigned by editor on basis of single-crystal data for Al₃ Mg₂ phase.

Literature References

General: Kobayashi, K., Awazu, T., Shingu, P. *Trans. Jpn. Inst. Met.* **28** 934 (1987)
Unit Cell: Arhtar, D., Gopalan, R., Rajasekhran, T. *Z. Metallkd.* **78** 201 (1987)

Peak Data **PeakList**

h	k	l	d	I
2	1	1	2.4900	81
2	1	2	2.4300	100
2	0	6	2.3380	10
3	0	0	2.2100	30
2	0	7	2.1490	13
2	1	5	2.1160	6
3	0	4	2.0310	4
2	1	6	1.9960	6
1	0	13	1.4890	7
4	1	0	1.4460	10
4	0	7	1.4280	13
3	2	5	1.4200	14